



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ



FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

STUDIUM VLASTNOSTÍ KOVOVÝCH MATERIÁLŮ PŘIPRAVENÝCH TECHNOLOGIÍ NÍZKOTEPLTNÍHO KINETICKÉHO NAPRAŠOVÁNÍ

PROPERTIES OF METALLIC MATERIALS PREPARED BY COLD SPRAY TECHNOLOGY

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

BC. JAKUB PIŇOS

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. JAN ČÍŽEK, Ph.D.

BRNO 2013

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Jakub Piňos

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Studium vlastností kovových materiálu připravených technologií nízкотеплотního kinetického naprašování

v anglickém jazyce:

Properties of Metallic Materials Prepared by Cold Spray Technology

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Nízкотеплотní kinetické naprašování je moderní a v ČR dosud nepoužívanou technologií úpravy povrchu materiálu nanesením ochranných vrstev. Díky svým technologickým aspektům, univerzálnosti a ekonomickým ukazatelům má tato technologie potenciál nahradit rozšířené procesy plazmového nanášení, vysokorychlostního kyslíkového hoření (HVOF) nebo nanášení plamenem.

Kromě seznámení studenta s novou technologií prostřednictvím vypracování základní rešerše literatury bude zadáním úkolu nanesení vybraných kovových materiálu touto technologií a následné provedení analýz vyrobených vrstev: strukturní a fázové složení, testování vybraných mechanických vlastností a vzájemné porovnání s obdobnými vzorky připravenými technologií

HVOF.

Cíle diplomové práce:

- seznámit studenta s technologií nízкотеплотního kinetického nanášení včetně výhod a nevýhod tohoto procesu
- provést základní strukturní a fázové analýzy vyrobených materiálu a stanovit některé jejich fyzikálně-mechanické vlastnosti
- vypracovat vzájemné srovnání odpovídajících ukazatelů pro materiály vyrobené technologiemi studeného kinetického naprašování a HVOF

Seznam odborné literatury:

1. Papyrin, Kosarev, Klinkov, Alkhimov, Fomin: Cold Spray Technology, Elsevier, 2007
2. Van Steenkiste, Smith: Evaluation of coatings produced via kinetic and cold spray processes, Journal of Thermal Spray Technology, 130 (2), 2004
3. Gartner, Stoltenhoff, Voyer, Kreye, Riekehr, Kocak: Mechanical properties of cold-sprayed and thermally sprayed copper coatings, Surfand and Coatings Technology, 200 (24), 2006

Vedoucí diplomové práce: Ing. Jan Čížek, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2013/2014.

V Brně, dne

L.S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
Ředitel ústavu

prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Nízkoteplotní kinetické naprašování je moderní metodou nanášení vrstev. Díky svým vlastnostem má potenciál v některých aplikacích nahradit procesy žárových nástřiků. Tato práce se zabývá analýzou mikrostruktury, fázového složení a určením vybraných mechanických charakteristik nástřiků čistých kovů připravených technologií cold spray. Pro srovnání byly využity vzorky připravené technologií HVOF, která je již běžně využívána v průmyslu.

ABSTRACT

Cold spray is a novel coating method. Due to its low-temperature character, it has a potential to replace the high-temperature thermal spray processes in some applications. The presented work analyzes the microstructure and the phase composition of pure metal coatings deposited by cold spraying and evaluates selected mechanical properties. Specimens prepared by readily used HVOF industrial technology were used for comparison purposes.

KLÍČOVÁ SLOVA

Cold spray, kinetické naprašování, HVOF, vysokorychlostní nanášení plamenem, mechanické vlastnosti, tahová zkouška vrstev, ohybová zkouška vrstev

KEYWORDS

Cold spray, HVOF, mechanical properties, tensile test, 3-point bendig test, coating

Bibliografická citace

PIŇOS, J. *Studium vlastností kovových materiálů připravených technologií nízkoteplotního kinetického naprašování* Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 92 s. Vedoucí diplomové práce: Ing. Jan Čížek, Ph.D.

V průběhu tvorby diplomové práce byly další poznatky související s technologií cold spray prezentovány na konferenci Juvematter 2013:

Piňos J., Čížek J.: Hodnocení vlivu depozice nástřiků Al/Ti připravených na γ -Ti-Al-Nb intermetalických substrátech technologií nízkoteplotního kinetického naprašování, JuveMatter, 2013, Beskydy.

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na zadané téma vypracoval samostatně s použitím literatury uvedené v seznamu v kapitole 7.

V Brně dne 11. 10. 2013

Jakub Piňos

Poděkování

Děkuji vedoucímu práce Ing. Janu Čížkovi, Ph.D. za pomoc a rady při zpracování práce. Dále bych rád poděkoval Mgr. Janu Čuperovi za snímky z SEM, Ing. Pavlu Čuperovi za mechanické testování vzorků a Ing. Hynku Hadrabovi, Ph.D. za pomoc při měření na ÚFM. Moje poděkování patří též Ing. Janu Filipenskému, řediteli firmy Plasmametal a Natu Denehyemu z firmy Plasma Giken za přípravu nástřiků.

1.	Úvod.....	12
2.	Rešerše literatury.....	13
2.1.	Metody zhotovování nástřiků.....	13
2.1.1.	Historie	13
2.1.2.	Základní metody přípravy nástřiků	14
2.2.	Metody využívané pro přípravu vzorků.....	18
2.2.1.	Cold spray.....	18
2.2.2.	HVOF – High velocity oxy fuel	26
2.2.3.	Lavalova dýza.....	31
2.2.4.	Vlastnosti a hodnocení prášků pro nástřiky	36
2.3.	Experimentální metody pro žárové nástřiky	42
2.3.1.	Pozorování.....	42
2.3.2.	Měření na nástřiku spojeném se substrátem.....	43
2.3.3.	Měření na oddělených zkušebních tělesech	48
3.	Experimentální část.....	50
3.1.	Použité prášky	50
3.1.1.	Železo	51
3.1.2.	Nikl.....	52
3.1.3.	Měď.....	54
3.1.4.	Hliník.....	55
3.1.5.	Titan.....	56
3.2.	Depozice nástřiků metodami HVOF a cold spray.....	58
3.3.	Příprava a popis měření.....	58
3.3.1.	Vzhled a makrostruktura vzorků	58
3.3.2.	Měření drsnosti povrchu.....	58
3.3.3.	Příprava vzorků pro pozorování světelnou mikroskopií	59
3.3.4.	Příprava pozorování v SEM	59
3.3.5.	Vyhodnocení porosity na SEM snímcích.....	59
3.3.6.	EDX analýza.....	59
3.3.7.	Měření mikrotvrdosti.....	59
3.3.8.	Řezání zkušebních těles.....	60
3.3.9.	Příprava zkušebních těles pro testování	60
3.3.10.	Rezonanční měření modulu pružnosti.....	61
3.3.11.	Tahová zkouška	61
3.3.12.	Ohybová zkouška	61
4.	Výsledky	62
4.1.	Vzhled a makrostruktura připravených vzorků.....	62
4.1.1.	HVOF nástřiky	62
4.1.2.	Cold spray nástřiky.....	62
4.2.	Měření drsnosti povrchu	63
4.3.	Mikrostruktura pozorovaná ve světelném mikroskopu.....	63
4.3.1.	HVOF nástřiky	63
4.3.2.	Cold spray nástřiky.....	65
4.4.	Mikrostruktura pozorovaná v SEM.....	67
4.4.1.	HVOF nástřiky	67
4.4.2.	Cold spray nástřiky.....	68
4.5.	Vyhodnocení porosity na SEM snímcích.....	68
4.6.	EDX analýza	70
4.6.1.	HVOF nástřiky	70
4.6.2.	Cold spray nástřiky.....	74
4.7.	Měření mikrotvrdosti	74

4.8.	Rezonanční měření modulu pružnosti	75
4.9.	Tahová zkouška na zmenšených plochých tělesech	75
4.9.1.	HVOF nástřiky	76
4.9.2.	Cold spray nástřiky	78
4.10.	Ohybová zkouška na zmenšených tělesech	82
4.10.1.	HVOF nástřiky	82
4.10.2.	Cold spray nástřiky	84
5.	Diskuze výsledků.....	88
6.	Závěr	91
7.	Literatura	92
8.	Seznam použitých zkratk a symbolů	96

1. Úvod

Metody nanášení vrstev kovů jsou známy od počátku 20. století, kdy byl patentován Schoopův postup metalizace. Vývoj pokračoval technologií nástřiku elektrickým obloukem a plasmatickým nástřikem. Tyto metody využívaly pro dokonalejší ukotvení částic zvyšování teploty.

Opačným směrem se vydaly technologie HVOF a cca. od roku 2006 i nová technologie kinetického nanášení (cold spray). Technologie HVOF stále využívá ohřev částic v plameni, díky vysoké rychlosti je však ohřev částic krátký a jejich teplota je tak nižší. V případě technologie cold spray není díky extrémní rychlosti částic nutný ohřev, částice se uchycují plastickou deformací. Díky nízké teplotě při procesu nedochází při nástřiku metodou cold spray k fázovým přeměnám ani oxidaci. Je tak možné nanášet i čisté kovy s vysokou afinitou ke kyslíku, které by při použití ostatních metod výrazně oxidovaly. Nevýhodou metody je možnost nanášet pouze plasticky deformovatelné materiály.

Při testování vlastností nástřiků připravených žárovými metodami jsou zkušební tělesa nejčastěji vyrobena jako kompozit substrát-nástřik. Z tohoto důvodu jsou výsledky testů ovlivněny vlastnostmi použitého substrátu a není tedy možná samostatná identifikace vlastností a charakteristik materiálu nanesené vrstvy.

Hlavním cílem této práce bylo určení vybraných mechanických vlastností nástřiků připravených novou technologií cold spray bez ovlivnění charakteristikami použitých substrátů. Pro tyto účely byly touto metodou deponovány vrstvy o tloušťkách výrazně přesahujících tloušťky standardních nástřiků v průmyslových aplikacích, ze kterých byla pomocí elektrojiskrového obrábění vyrobena miniaturizovaná zkušební tělesa. Tato tělesa byla dále podrobena testování základních mechanických vlastností modifikovanými zkouškami (např. tahová zkouška, zkouška tříbodovým ohybem, apod.).

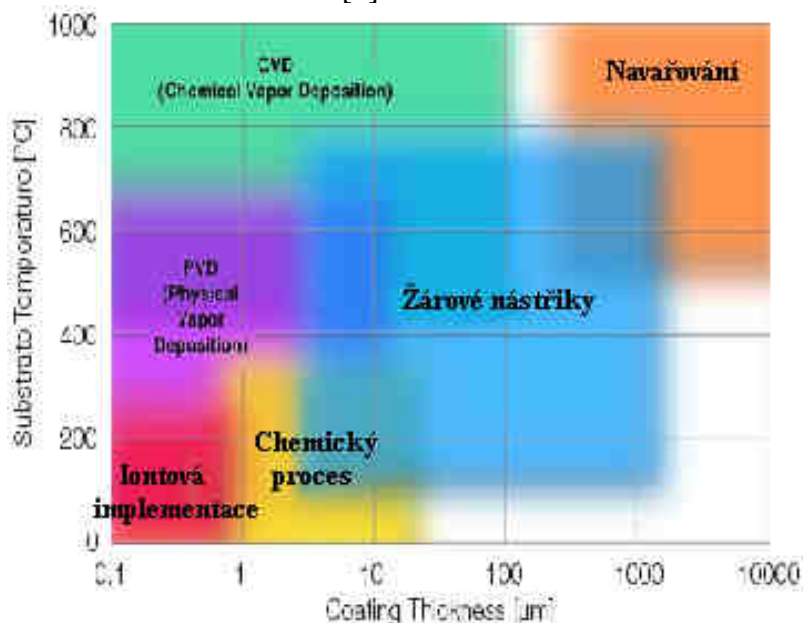
Vzhledem k originalitě tohoto výzkumu a nedostatku obdobných studií ve světové literatuře bylo rozhodnuto uskutečnit tuto prvotní studii na základních materiálech. Z tohoto důvodu byly v předložené práci jako materiál nástřiků použity čisté kovy Al, Cu, Fe, Ni, Ti. Naměřené hodnoty zvolených veličin byly pro nanesené materiály srovnány s odpovídajícími tabulkovými hodnotami pro původní čisté kovy. Pro umožnění dalšího vzájemného srovnání byly dále připraveny vzorky z nástřiků deponovaných technologií HVOF (tato metoda byla vybrána jako průmyslově ověřená).

2. Rešerše literatury

2.1. Metody zhotovování nástřiků

I přes pokračující vývoj materiálů a jejich zpracování není možno dosáhnout v některých aplikacích požadovaných vlastností. Mnohdy se požadavky navzájem vylučují a proto je nutné použít kombinace materiálů. Velmi častým způsobem tvorby těchto kombinací je nanášení povrchových vrstev různými technologiemi.

Obr. 2.1 ukazuje zařazení technologie žárových nástřiků mezi ostatními způsoby zhotovování povlaků. Metody žárových nástřiků pokrývají střední rozsah tloušťek vrstvy. Jejich síla se obvykle pohybuje od 5 μm do 5 mm. Tento rozsah dovoluje použít žárové nástřiky pro zhotovování vrstev se specifickými vlastnostmi na povrchu výrobků i k opravám opotřebovaných součástí. Zejména při opravách opotřebovaných povrchů je výhodou nižší teplota ve srovnání s navařováním vrstev. [1]



Obr. 2.1 Srovnání jednotlivých způsobů tvorby povlaků [1]

2.1.1. Historie

Původ žárových nástřiků se datuje na počátek 20. století, kdy byl v roce 1917 patentován Schoopův vynález metalizace. Původně byl tento proces používán především pro nástřik zinku jako protikorozní ochrany povrchů, teprve později i pro nástřik tvrdých kovů. Dalším objeveným způsobem byl nástřik pomocí elektrického oblouku. Tato metoda umožňovala nanášet materiály s vyšší teplotou tavení než plamen.

Ve čtyřicátých letech došlo k rozvoji plazmatického nástřiku, což umožnilo vytváření povlaků i z hůře tavitelných materiálů. Po objevu detonačního nástřiku v 50. letech se tyto technologie rozšířily i do dalších oblastí průmyslu, zejména do průmyslu leteckého.

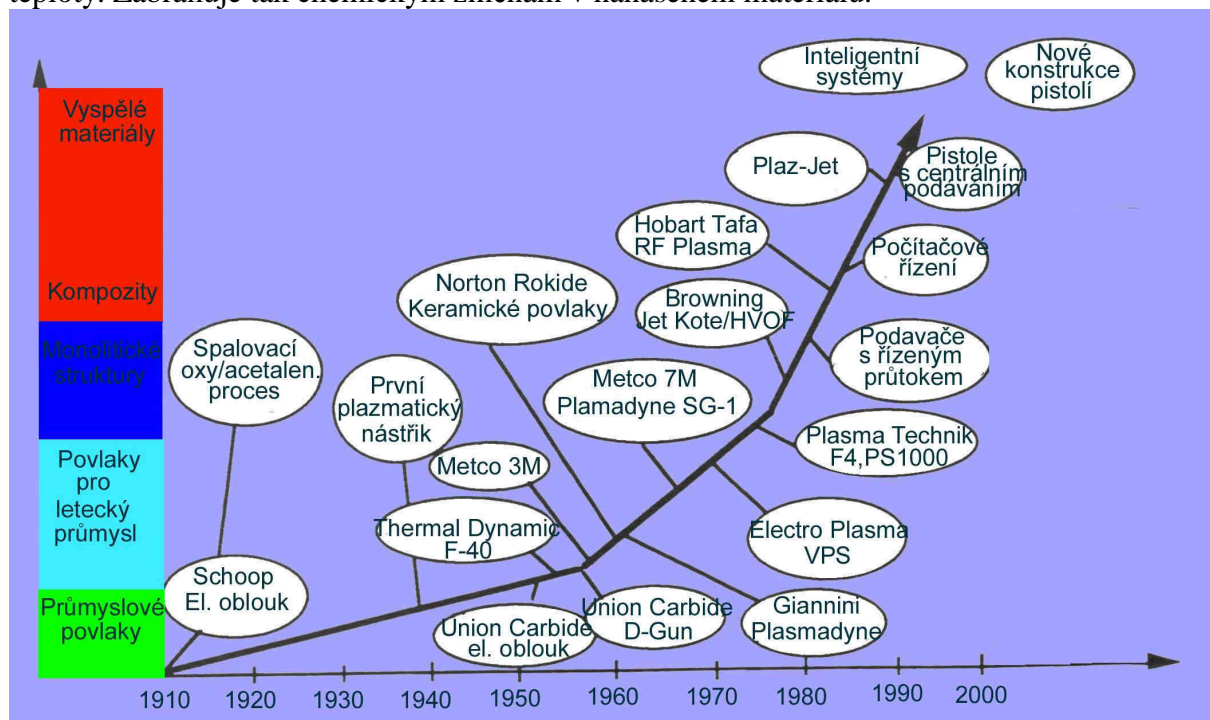
Ačkoliv již byly nástřiky využívány, podstata procesů nebyla prozkoumána. Vědecké studie na toto téma se začaly objevovat až v průběhu 60. let.

Během 70. let se objevil též vakuový plazmatický nástřik, který umožnil dále zlepšit vlastnosti plazmatických nástřiků, zejména minimalizovat obsah oxidů v nástřiku.

Vynález HVOF (High Velocity Oxygen Fuel) nástřiku v 80. letech byl dalším z kroků ve vývoji těchto progresivních technologií. Výrazný rozvoj nastal díky zavedení nových konstrukcí hořáků, zlepšení kontroly celého procesu, zavedení nových způsobů přípravy

přídavných materiálů a používání nových moderních technik zajišťujících reprodukovatelnou tvorbu povlaků. [1][3][4]

Nejnovější z technologií zhotovování nástřiků je metoda cold spray (první patent zařízení 1994) zkoumaná v této práci. Metoda se vydává opačným směrem, než předchozí způsoby. K ukotvení částic nástřiku na substrát využívá vysoké kinetické energie bez zvyšování teploty. Zabraňuje tak chemickým změnám v nanášeném materiálu.

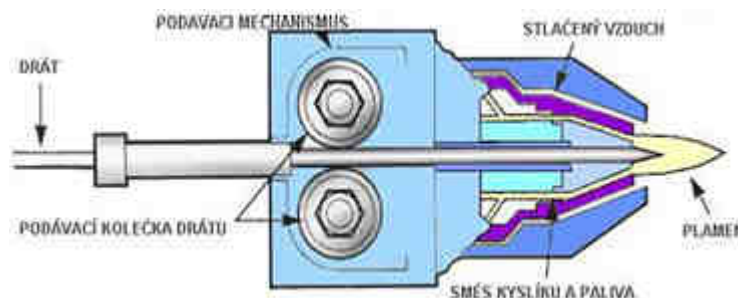


Obr. 2.2 Vývoj metod tvorby nástřiků [4]

2.1.2. Základní metody přípravy nástřiků

Flame spray – Nástřik plamenem

Nejstarší metoda zhotovování žárových nástřiků, známá i pod názvem šopování. Stlačený kyslík a palivo je přiváděny do trysky, kde je zapálen a natavuje drát (prášek). Teplota plamene i dopadová rychlost částic je poměrně nízká. [1][3][4][6]

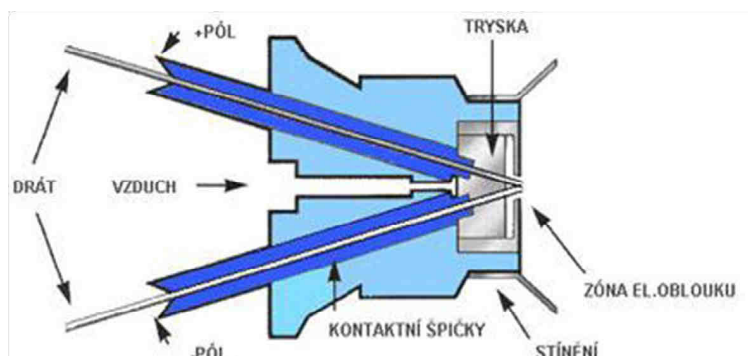


Obr. 2.3 Schéma metody Flame spray [4]

- +nízká cena
- nízká přilnavost
- nízká hustota nástřiku
- velký podíl oxidů

Arc spray – Nástřik elektrickým obloukem

Využívá teplo vyvolané el. obloukem k odtavování elektrod vyrobených z nanášeného materiálu. Částice jsou k povrchu substrátu urychlovány stlačeným vzduchem, popř. netečným plynem pro redukci oxidace částic. [1][3][4][7]

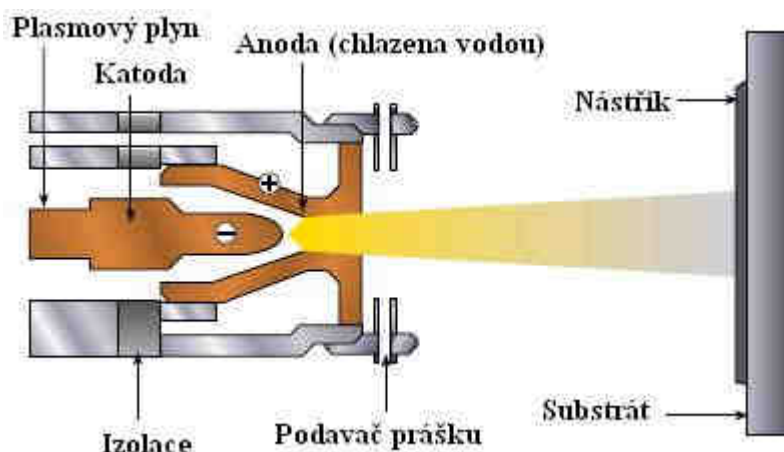


Obr. 2.4 Schéma metody Arc spray [4]

- +nízké provozní náklady
- +mobilita
- +vysoký výkon
- pouze vodivé materiály ve formě drátu
- oxidace částic

Plasma spray – Plasmový nástřik

Metoda využívá možnosti dosáhnout v plasmatu teplot až 20 000°C. Do proudu plazmatu je dodáván prášek, který je taven a urychlován proti substrátu. Díky velmi vysoké teplotě je možné nanášet vysokotavitelné materiály. [8][9][10]



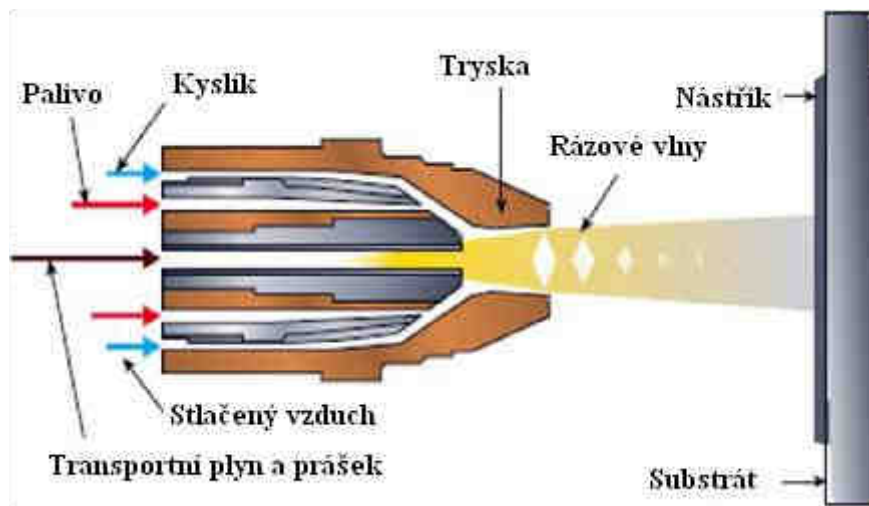
Obr. 2.5 Schéma metody Plasma spray [1]

- +umožňuje nanášet vysokotavitelné materiály
- +vysoká hustota
- vysoký podíl oxidů
- vysoká teplota může způsobovat změny chemického složení
- náročnost technologie
- cena

High velocity oxy fuel – Vysokorychlostní nástřik

Metoda bude v práci využita pro srovnání s technologií cold spray. Přestože je zařazena mezi metody žárových nástřiků, snaží se o snížení teploty dopadajících částic a tím snížení jejich chemického ovlivnění.

Využívá tvarování trysky, které umožňuje dosažení nadzvukových rychlostí proudu plynu. Materiál je dodáván ve formě prášku. Vysoká rychlost dopadající částice způsobuje dokonalé rozptýření a ukotvení částice na povrchu. Při vhodných podmínkách je možno v nástřiku vytvořit tlaková pnutí, která dovolují nanášet nástřik větší tloušťky. [1][3][4][11]



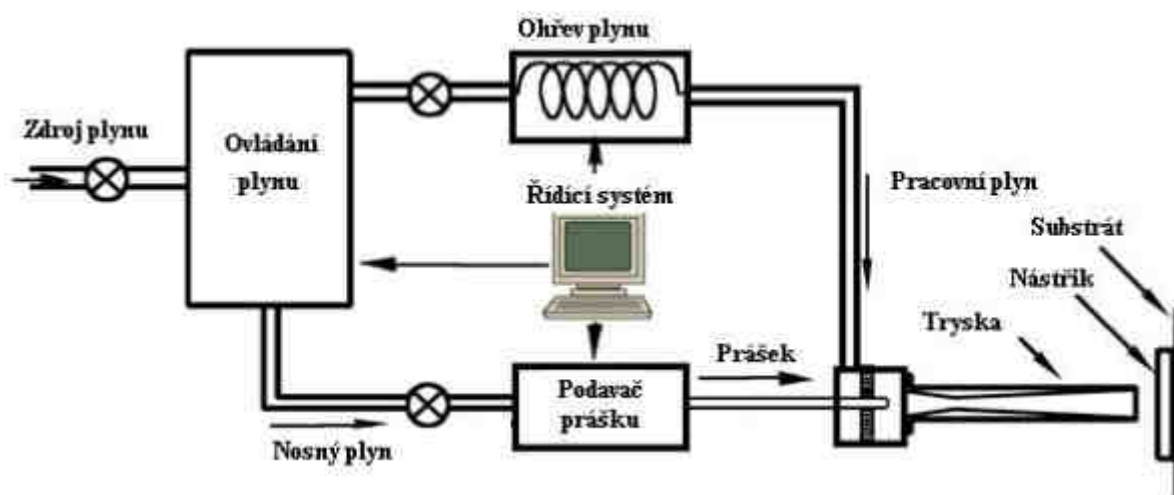
Obr. 2.6 Schéma metody HVOF [1]

- +nízká porosita
- +vysoká přilnavost nástřiku
- +omezení fázových přeměn v částicích (relativně nízká T)
- problémy s nanášením keramiky

Cold spray – Nízkoteplotní nástřik

Tato technologie je hlavním bodem výzkumu této práce a bude o ní tedy podrobněji pojednáno v kapitole 2.2.1.

Částice jsou urychlovány proudem plynu, jehož teplota dosahuje maximálně 1000°C (odtud název technologie). Nedochází k natavování částic, předpokládaným mechanismem spojování je plastická deformace. Díky nízké teplotě dále nedochází k fázovým přeměnám a povlak má stejné chemické složení jako výchozí prášek. [12]



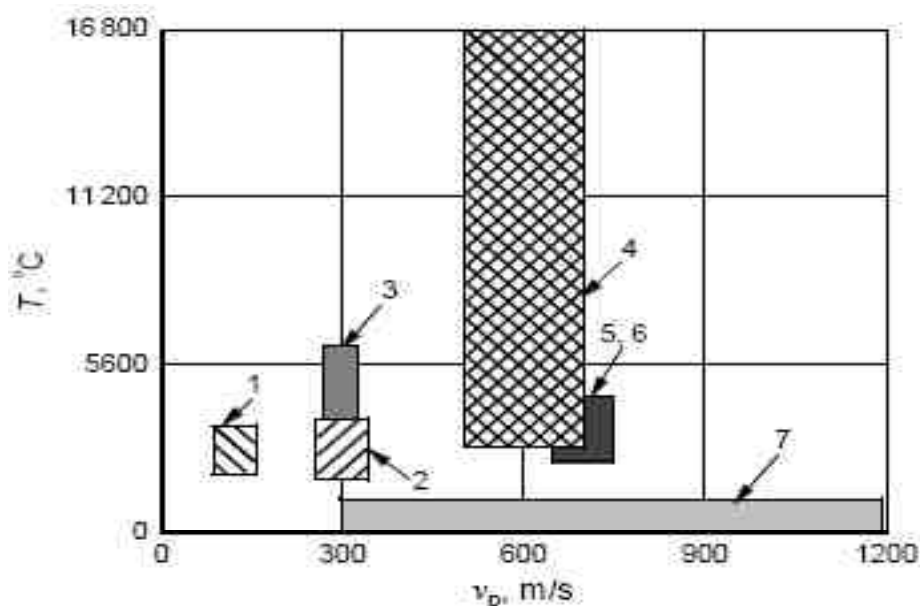
Obr. 2.7 Základní schéma metody Cold Spray [2]

- +nízká porosita
- +minimalizace obsahu oxidů
- +díky nízké teplotě nedochází k fázovým přeměnám, tj. stejné chemické složení prášku a hotového nástříku
- velmi obtížné nanášení keramických nástříků
- vysoká spotřeba plynů
- cena (neplatí při použití atmosférického vzduchu)

Srovnání jednotlivých metod

Tab. 1 Srovnání technologií vytváření nástříků [1][2]

	Rychlost částic	Přilnavost	Obsah kyslíku	Porosita	Výkon	Obvyklá tloušťka nástříku
	[m/s]	[MPa]	[%]	[%]	[kg/h]	[mm]
Flame spray	< 40	< 20	10	10 ÷ 15	1 ÷ 10	0,2 ÷ 10
Arc spray	< 100	10 ÷ 30	10 ÷ 20	5 ÷ 10	6 ÷ 60	0,2 ÷ 10
HVOF	600 ÷ 1000	< 70	1 ÷ 2	1 ÷ 2	3 ÷ 6	0,2 ÷ 2
Plasma spray	200 ÷ 800	60 ÷ 70	1 ÷ 2	1 ÷ 5	3 ÷ 9	0,2 ÷ 2
Cold spray	300 - 1200	40-300	0,1	0,1 ÷ 3	-----	0,2 ÷ 10



Obr. 2.8 Srovnání parametrů jednotlivých metod 1,2–Flame spray (podle tlaku plynu), 3 – Arc spray, 4 – Plasma spray, 5, 6–D-gun, High velocity oxygen fuel, 7 – Cold spray [12]

2.2. Metody využití pro přípravu vzorků

2.2.1. Cold spray

Metoda se od ostatních technologií odlišuje nízkou teplotou při nanášení. Díky tomu nedochází k natavování částic, je zabráněno jejich fázovým přeměnám a omezena jejich oxidace. Výsledný povlak je chemicky shodný s výchozím práškovým materiálem. [13][14]

Vznik

Efekt depozice prášků při nanášení vysokou rychlostí byl objeven v osmdesátých letech v Sovětském svazu. Při provádění testů v nadzvukovém aerodynamickém tunelu byly pro zviditelnění proudění použity drobné částice. Vědci objevili kritickou rychlost, při které dochází k prudkému přechodu od erozivního působení částic k jejich rychlému ukládání. Pozdější experimenty určily rozdílné velikosti kritické rychlosti pro různé materiály. V roce 1994 byl první cold spray systém patentován v USA. [15]

Principy fungování a konstrukce zařízení

Metoda cold spray na rozdíl od ostatních metod uvedených v kapitole 2.1.2 nevyužívá zvýšené teploty k ukotvení částic nástřiku na povrchu. Mechanismem spojování je zde plastická deformace, pro jejíž dostatečnou intenzitu je nutné dosáhnout vysoké kinetické energie práškového materiálu.

Schéma technologie bylo uvedeno na Obr. 2.7.

Pracovní plyn vstupuje pod vysokým tlakem do rozdělovací jednotky. Odtud je rozveden do ohřívače plynů a podavače prášku. V podavači prášku je do proudu plynu dodáváno požadované množství prášku. Prášek je unášen proudem plynu k nadzvukové trysce, kde dojde ke smísení s ohřátým plynem z ohřívače plynu. V ohřívači může plyn dosáhnout teploty až 1000°C. Tímto ohřátím se zvýší objem plynu a je tak snížena jeho spotřeba. Po smísení prochází směs pod vysokým tlakem Lavalovou dýzou, kde je urychlena na nadzvukovou rychlost.

Přestože se proces nazývá nízkoteplotní, je možno provést ohřev na teploty do 1000°C pro zvýšení urychlovacího účinku při zachování spotřeby plynu. Teploty jsou dostatečně nízké, aby nedocházelo natavování ani fázovým přeměnám používaných materiálů. [13]

Základními částmi zařízení jsou:

- Zdroj vysokotlakých plynů
- Nadzvuková tryska
- Podavač prášku
- Ohřívač plynů
- Řídící systémy

Zdroj vysokotlakých plynů

Typ zdroje závisí na použitém procesním plynu. V případě využití stlačeného vzduchu se jedná o kompresor schopný dodat požadovaný tlak i při vysokém průtoku a zajistit jeho stabilitu. V případě použití netečných plynů jako například helia se jedná o tlakové lahve a systémy zajišťující stálý tlak a průtok.

Nadzvuková tryska

Geometrie trysky je hlavním rozdílem ve srovnání s ostatními metodami. Její tvarování umožňuje dosažení nadzvukových rychlostí proudu plynu a tím vysokého urychlení částic. Používá se tvar Lavalovy dýzy s různými modifikacemi tvaru.

Podavač prášku

Úkolem podavače prášku je zajistit rovnoměrnou dodávku prášku do stříkací pistole. Chování prášku v zásobníku a podavači ovlivňuje jeho struktura, zejména velikost částic a jejich tvar (kulovitost). Tyto vlastnosti určují „tekutost“ prášku. Do pistole je prášek dopravován tlakovým plynem.

Ohřívač plynů

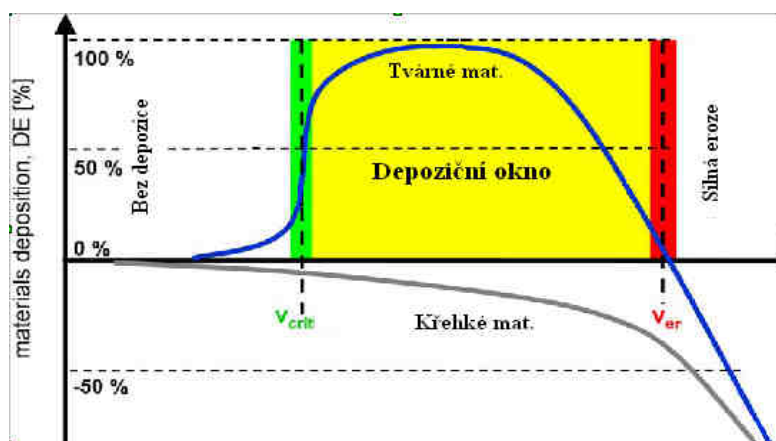
Ohřevem procesního plynu je možno dosáhnout zvýšení jeho objemu a tak menší spotřebu. Dále ohřev napomáhá plastické deformaci dopadajících částic.

Řídící systémy

Kontrolují proces, zajišťují jeho optimální průběh a snižují nároky na obsluhu.

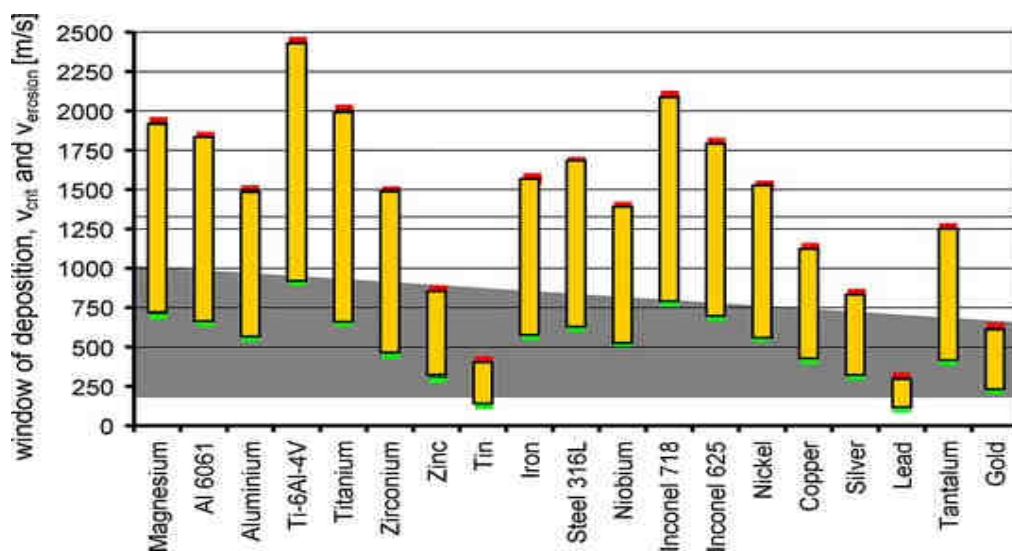
Kritická rychlost

Jak bylo dříve uvedeno, dochází při nízkých rychlostech částic k abrazi podkladového materiálu. Teprve při překročení kritické rychlosti se chování částic při dopadu mění a dochází k depozici povlaku (Obr. 2.9). Pozdější výzkumy [16] určily velikost kritické rychlosti pro rozdílné materiály. Výzkum pokračuje za pomoci výpočetních systémů pro modelaci proudění a termomechanické simulace. [17][18] Modelace proudění (CFD - computer fluid dynamics) se používá pro výpočty urychlování částic, termomechanické modelování dopadů částic pak umožňuje lepší pochopení mechanismů spojování nástříku s podkladem (nástříkem).

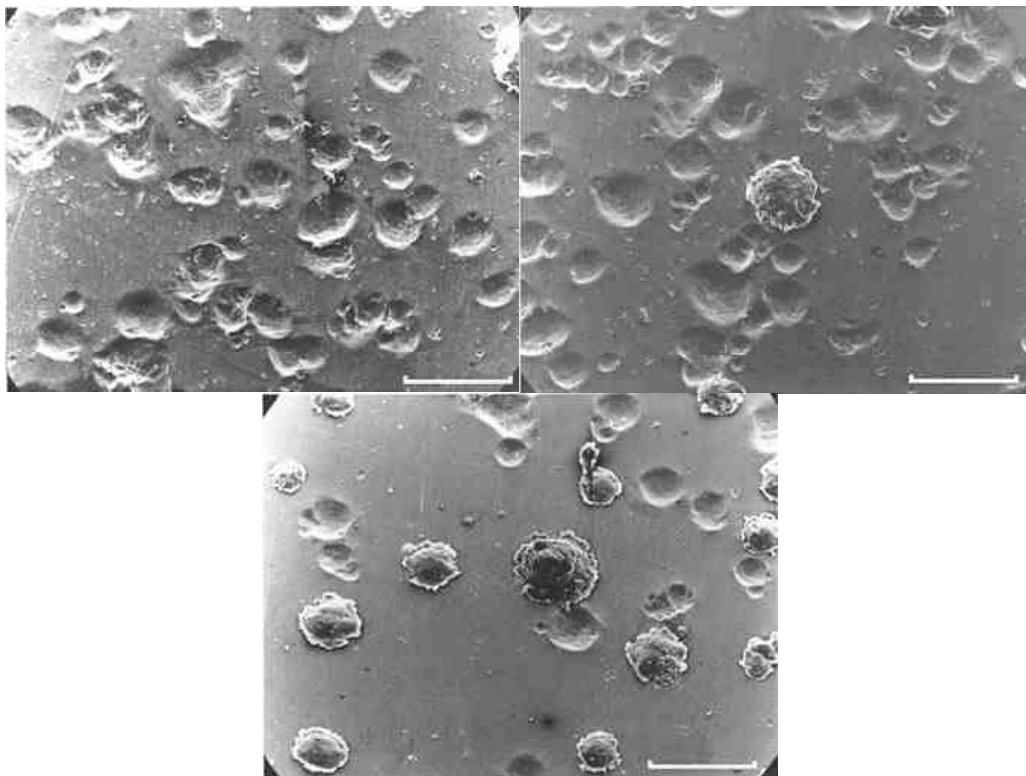


Obr. 2.9 Schematické znázornění depozičního okna [16]

Další pokusy se zvyšováním rychlosti odhalily existenci erozní rychlosti v_{er} při které opět dochází k erozi povrchu. Tato rychlost je opět rozdílná pro různé materiály. Interval mezi kritickou a erozní rychlostí vymezuje depoziční okno, ve kterém dochází k tvorbě nánosu. Depoziční okna pro různé materiály jsou znázorněna na Obr. 2.10.



Obr. 2.10 Depoziční okna pro různé materiály [16]

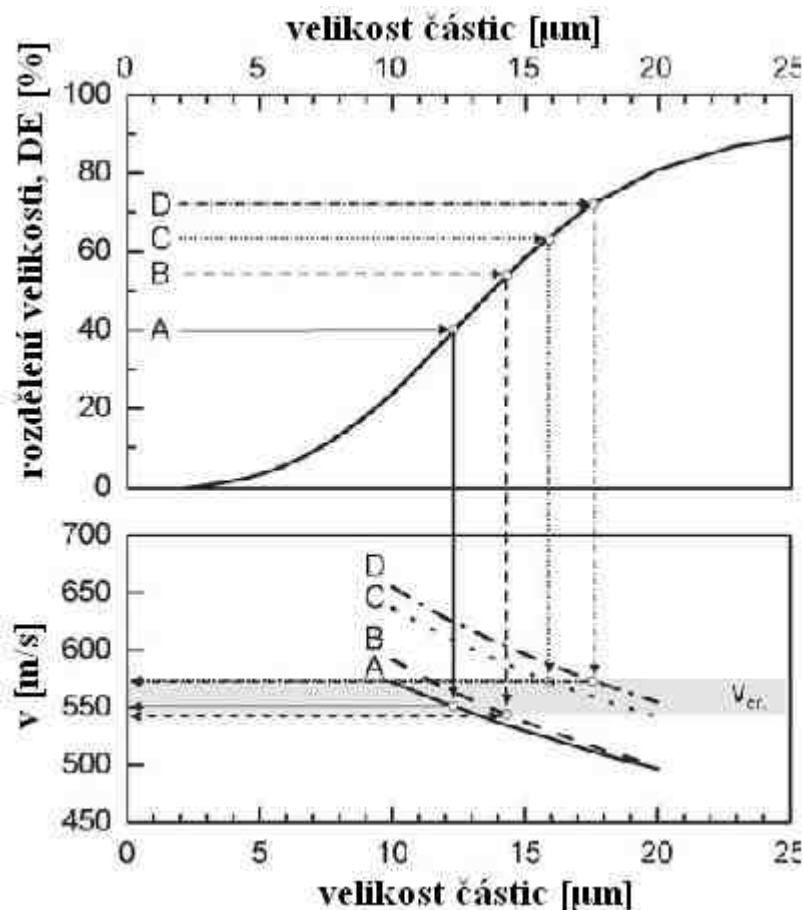


Obr. 2.11 Postupný přechod od eroze povrchu k depozici (práškový Al 30,2 μ m na vyleštěné mědi); rychlosti dopadajících částic a) 730 m/s b) 780 m/s c) 850 m/s [12]

Při srovnání kritické rychlosti pro Al v Obr. 2.10 a snímků na Obr. 2.11 je zřejmý rozdíl v kritické rychlosti cca 150 m/s. Tento rozdíl může být způsoben použitím vyleštěné mědi jako substrátu. Leštěný povrch ztěžuje uchycení částic.

Vliv velikosti částic na urychlení v proudu plynu

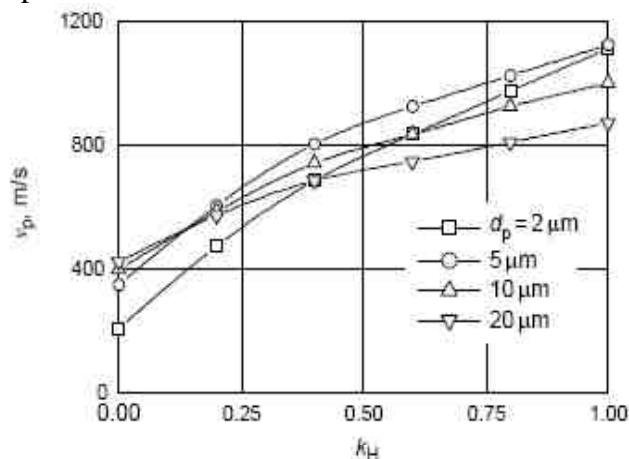
Pomocí metod CFD a také experimentálně bylo zjištěno, že v proudu plynu se lépe urychlují menší částice. Pouze velmi malé částice (2 μ m) jsou zpomalovány v zóně před vzorkem a dopadají pak nižší rychlostí. Jak je zobrazeno na Obr. 2.12 jemnější prášek dovoluje dosáhnout vyšších rychlostí nutných k dosažení depozičního okna. Je-li však zdroj pracovního plynu schopen dodat dostatečný průtok plynu, pak větší částice vedou k vyšší účinnosti depozice. [12]



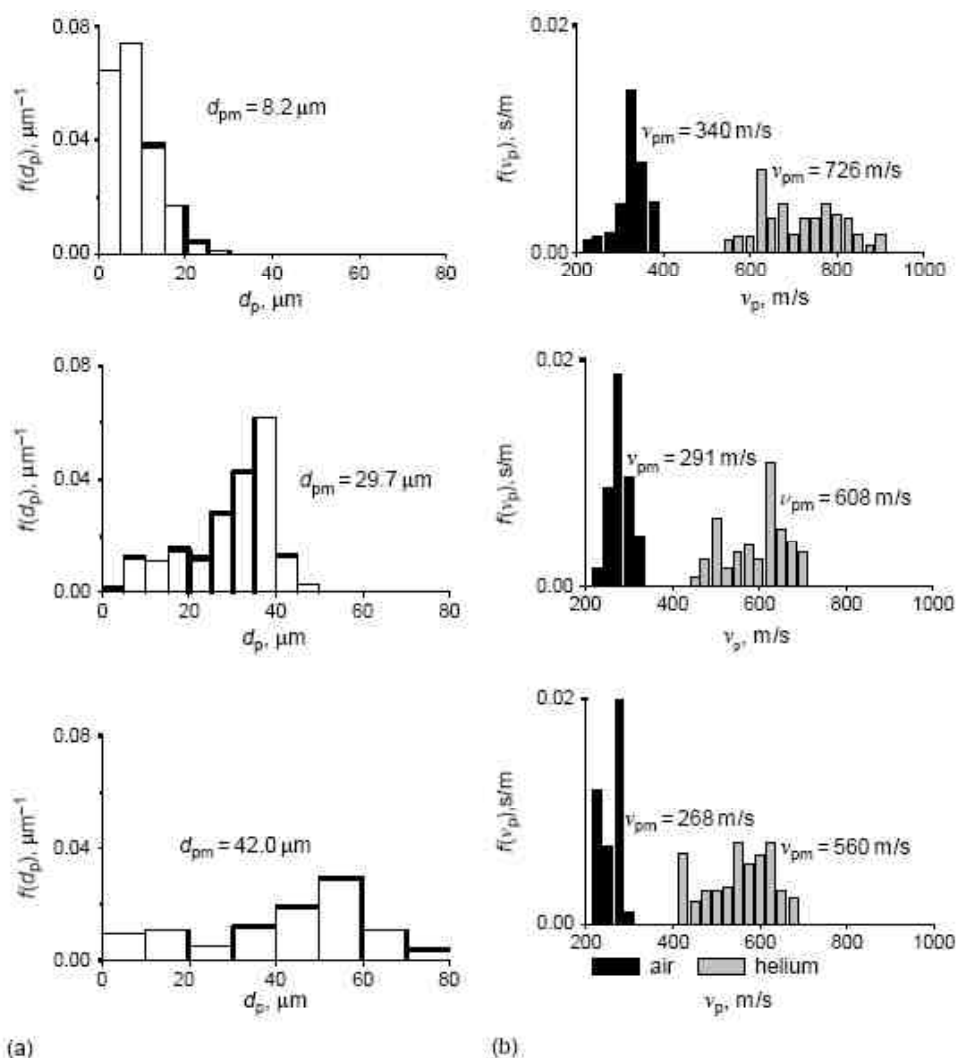
Obr. 2.12 Závislost rychlosti částic na jejich velikosti. A,B,C,D značí různé tvarování použitých nadzvukových trysek. Procesním plynem byl dusík při tlaku 30 MPa a teplotě 300°C [12]

Efekt využití různých pracovních plynů

Metodami CFD a následně i praktickým experimentem byl ověřován vliv pracovního plynu na rychlost částic. V případě výpočtového modelu použitého pro Obr. 2.13 byl předpokládán práškový hliník, uvažovaným procesním plynem byla směs vzduchu a helia. [12] Obecně lze říci, že s rostoucím obsahem helia je dosahováno vyšších rychlostí částic. Tento trend je výraznější u jemnějších prášků.



Obr. 2.13 Závislost rychlosti částic na podílu He ve směsi. Výpočtový model pro Al. [12]



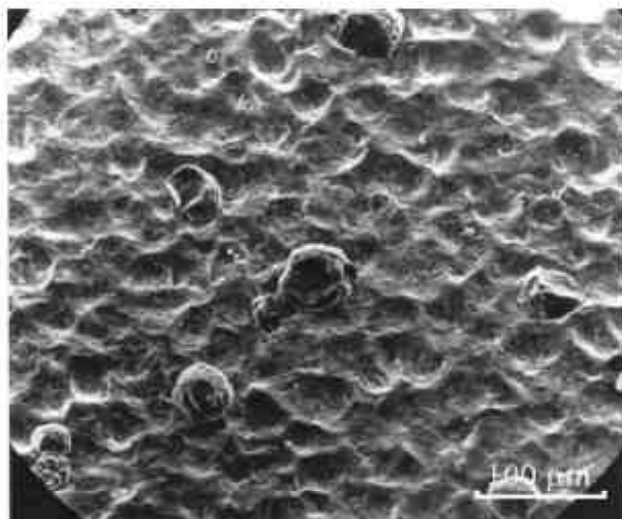
Obr. 2.14 Srovnání rychlostí částic urychlovaných vzduchem (černé sloupce) a heliem (šedé sloupce). [12]

Grafy na Obr. 2.13 a Obr. 2.14 shodně ukazují, že použití vyšších obsahů helia zvyšuje rychlost částic. Výpočtový model dále ukazuje, že trend je výraznější u menších částic. Experiment provedený na mědi ukazuje také cca. dvojnásobné zvýšení rychlosti použitím čistého helia. [12] Nevýhodou použití helia však může být vyšší rozptyl dosahovaných rychlostí, který může ztěžovat seřízení technologie do optimálního depozičního okna. Dále je nutno brát v úvahu vysokou cenu helia.

Příprava povrchu substrátu

Metoda cold spray nevyžaduje zvláštní přípravu povrchu. Povrch musí být pouze zbaven nečistot. Pro usnadnění depozice je možné provést zdrsňení například pomocí technologie otryskání. Otryskání vnáší do povrchové vrstvy deformace, vytváří nerovnosti a tím usnadňuje depozici.

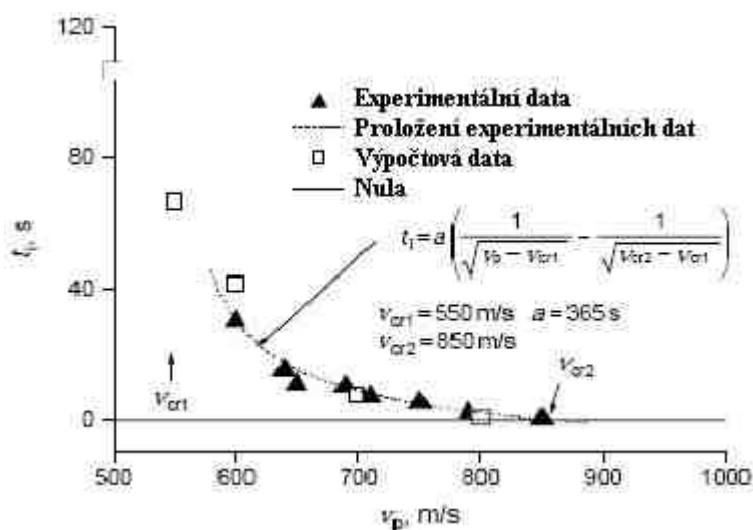
Tato příprava však není nezbytná neboť samotný proces nanášení může povrch připravit. Částice, které nedosáhly kritické rychlosti otryskávají povrch a připravují jej tak pro nástřik. [12] Výsledek tohoto otryskání je zobrazen na Obr. 2.15. Při vhodných parametrech může být dosaženo efektu očištění a aktivace povrchu okrajovými částicemi.



Obr. 2.15 Povrch po otryskání částicemi Al o středním rozměru 30,2 μm při rychlosti 600 m/s. Doba působení 25 s. Celý povrch je zdrsňen důlky vzniklými dopady částic. Na povrchu se uchytilo minimální množství částic. [12]

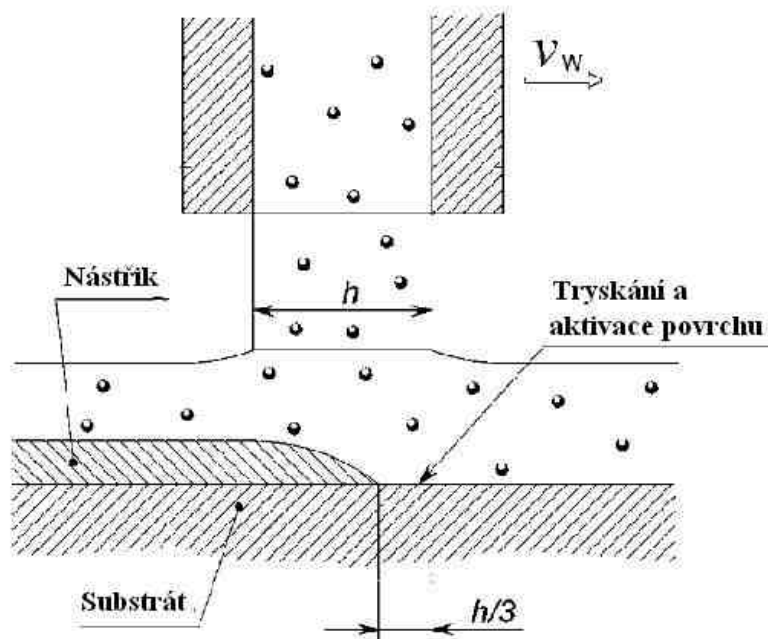
Prodleva tvorby nánosu

Zdrsňování a deformování povrchové vrstvy způsobuje existenci prodlevy mezi zahájením nástřiku a uchycením prvních částic (induction/delay time). V průběhu této doby částice pouze erodují povrch a připravují jej tak na uchycení nástřiku. S nárůstem rychlosti proudu částic se prodleva zkracuje až zcela zmizí. Na Obr. 2.16 je zobrazen vliv rychlosti částic na dobu prodlevy. Při rychlostech nižších než v_{cr1} nedochází k depozici částic. Při rychlostech vyšších než v_{cr1} dochází k depozici a se zvyšující se rychlostí dochází ke zkracování prodlevy. V průběhu této prodlevy dojde ke zdrsňování a aktivování povrchu, díky kterému se následně částice na substrát uchytí. Po překročení rychlosti v_{cr2} již vzniká vrstva nástřiku okamžitě. [12]



Obr. 2.16 Prodleva vzniku nástřiku v závislosti na rychlosti částic [12]

Při vhodných parametrech procesu (rychlost částic, rychlost posuvu) může docházet k efektu znázorněnému na Obr. 2.17. První třetina proudu částice nejdříve otryskává povrch a připravuje jej na následnou depozici. Následuje depozice na již připravený povrch. [12]



Obr. 2.17 Schéma otryskání povrchu okrajovými částicemi proudu [12]

Využitelnost cold spray povlaků v průmyslu

V závislosti na stříkaném materiálu mají povlaky zhotovované metodou cold spray velký aplikační potenciál v průmyslu. Jejich využitelnost v průmyslu přehledně ukazuje tabulka.

Tab. 2 Využití povlaků připravených technologií cold spray [12]

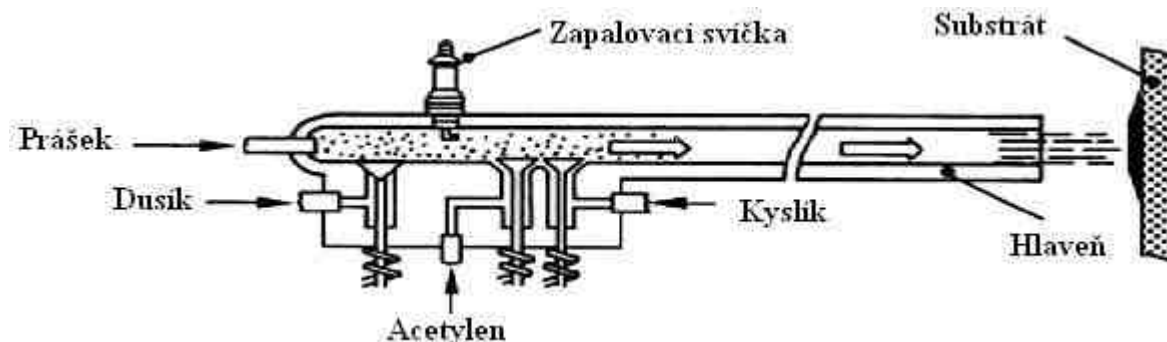
Aplikace	Materiál povlaku	Oblast průmyslu
<ul style="list-style-type: none"> Náhrada kadmia Ochrana před korozí a vodíkovým zkrěhnutím Opravy Mg slitin 	<ul style="list-style-type: none"> Al (slitiny) 	<ul style="list-style-type: none"> Letectví Těžební průmysl Petrochemický průmysl
<ul style="list-style-type: none"> Ložiska bez využití olova 	<ul style="list-style-type: none"> Al-Sn, Cu-Sn slitiny 	<ul style="list-style-type: none"> Automobilový průmysl Motosport Letectví
<ul style="list-style-type: none"> Chlazení Vodivé dráhy 	<ul style="list-style-type: none"> Cu, Al, Cu-W 	<ul style="list-style-type: none"> Elektronika Automobilový průmysl
<ul style="list-style-type: none"> Korozní ochrana 	<ul style="list-style-type: none"> Ti, Ta, Nb, Ni slitiny 	<ul style="list-style-type: none"> Těžební průmysl Petrochemický průmysl Energetika
<ul style="list-style-type: none"> Ochrana před oxidací a korozí za vysokých teplot 	<ul style="list-style-type: none"> Ni slitiny, MCrAlYs 	<ul style="list-style-type: none"> Letectví Energetika
<ul style="list-style-type: none"> Bio-inertní součásti 	<ul style="list-style-type: none"> Ti 	<ul style="list-style-type: none"> Zdravotnictví
<ul style="list-style-type: none"> Odolnost proti opotřeбенí, odolnost otěru 	<ul style="list-style-type: none"> WC-Co 	<ul style="list-style-type: none"> Těžební průmysl Letectví Energetika

2.2.2. HVOF – High velocity oxy fuel

Přestože je metoda zařazena do technologií žárových nástřiků, podobně jako cold spray se snaží o snížení teploty částic pro omezení jejich přeměn. Částice dosahují nadzvukové rychlosti a tak se zkracuje doba jejich ohřevu v plameni. Při dopadu se však díky své vysoké kinetické energii dokonale rozprostřou po substrátu. [1][3][4][11]

Historie

Metoda HVOF byla uvedena v 80. letech. Cílem bylo dosáhnout rychlosti částic srovnatelné s procesem výbušného nanášení používaného v systémech D-gun, u kterého vysoká rychlost dopadajících částic vedla k nástřikům vynikající hustoty a adheze. Protože však proces nebyl kontinuální, byl pomalý. Konstrukce D-gun děla je schematicky znázorněna na Obr. 2.18. V komoře dochází ke smísení kyslíku s acetylenem, směs je pak zapálena jiskrou. Výbuch urychlí částice směrem k povrchu součásti. Mezi výbuchy je nutno dělo propláchnout dusíkem. Rychlost je tak omezena na cca 4-8 výbuchů za sekundu. Kontinuální proces HVOF kombinuje vysokou rychlost částic z procesu D-gun s průběžným procesem flame spray.



Obr. 2.18 Schéma technologie D-gun [19]

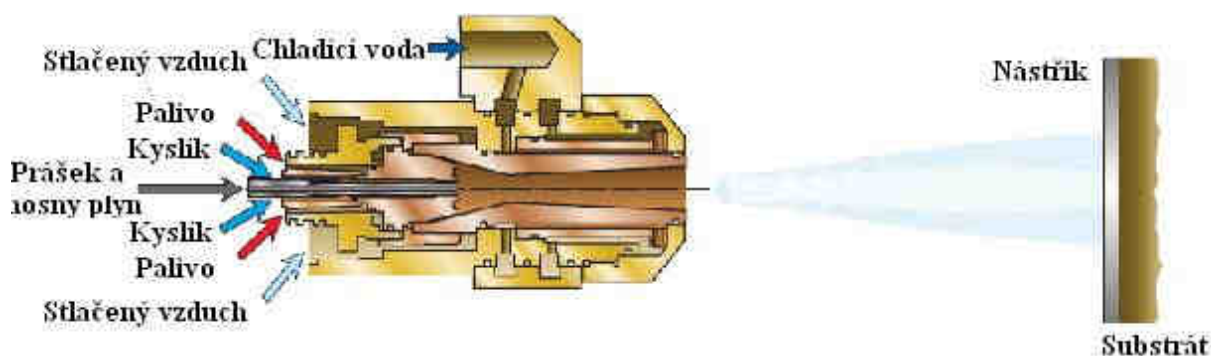
Prvním HVOF zařízením byl Jet-KoteTM firmy *Browning Engineering*. Hlavním rozdílem ve srovnání s předchozími metodami žárových nástřiků bylo spalování pod vysokým tlakem, které vedlo k vyšší rychlosti proudu plynů. Rychlost plynů se pohybuje v hodnotách cca 1200 m/s což v závislosti na parametrech prášku umožňuje dosáhnout rychlosti částic až 600 m/s. [20]

Princip funkce a konstrukce zařízení

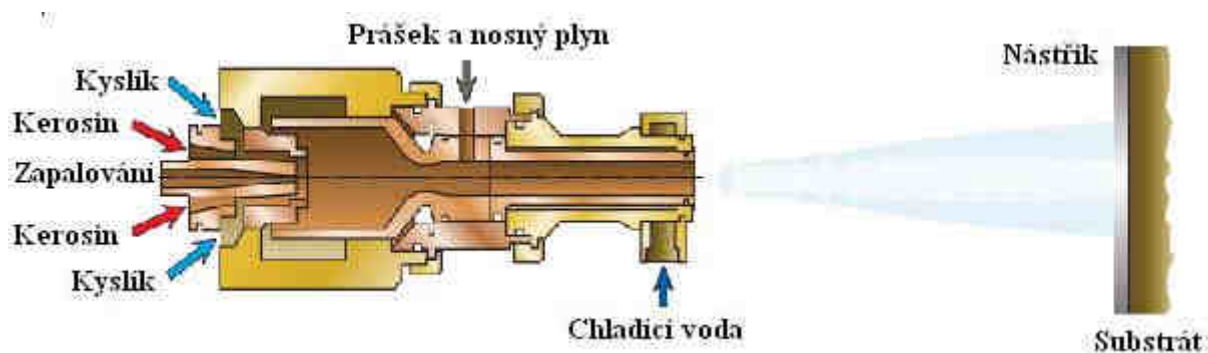
Metoda využívá spalování směsi kapalného Obr. 2.19 nebo plynného Obr. 2.20 paliva k dosažení vysoké kinetické energie částic při nízkém dodaném teple. Jako plynné palivo se používá například H_2 , CH_4 , C_2H_4 , C_3H_6 , C_3H_8 . Kapalným palivem je Jet-A nebo kerosin. Práškový materiál je do stříkací pistole dodáván proudem vzduchu. V pistoli dojde k vytvoření a zapálení zmíněné palivové směsi, do té je zaveden prášek. Dochází k natavení či úplnému roztavení částic a urychlení směrem k povrchu. Rychlost částic je dále zvýšena průchodem Lavalovou dýzou. Při nárazu na substrát dojde vlivem vysoké rychlosti k dokonalému rozprostření a ukotvení částice. Díky krátké době ohřevu v plameni je snížena dosažená teplota a tím jsou omezeny chemické přeměny částic. [1][3][4][11]

Základními součástmi zařízení jsou:

- Zdroj kyslíku
- Zdroj paliva tlaková láhev / nádrž
- Podavač prášku
- Nadzvuková tryska
- Řídící systémy



Obr. 2.19 Schéma metody HVOF s plynným palivem [11]



Obr. 2.20 Schéma metody HVOF s kapalným palivem [11]

Zdroj kyslíku

Musí zajistit dostatečný průtok a tlak kyslíku pro stříkací pistoli.

Zdroj paliva - tlaková láhev / nádrž

V případě plynného paliva stejné požadavky jako u zdroje kyslíku. V případě kapalného paliva se jedná o nádrž a čerpadlo zajišťující dodávku paliva do stříkací pistole.

Podavač prášku

Úkolem podavače prášku je zajistit rovnoměrnou dodávku prášku do stříkací pistole. Chování prášku v zásobníku a podavači ovlivňuje jeho struktura, zejména velikost částic a jejich tvar (kulovitost). Tyto vlastnosti určují „tekutost“ prášku. Do pistole je prášek dopravován tlakovým plynem.

Nadzvuková tryska

Geometrie trysky je hlavním rozdílem ve srovnání s ostatními metodami žárových nástríků. Její tvarování umožňuje dosažení nadzvukových rychlostí proudu plynu a tím vysokého urychlení částic. Používá se tvar Lavalovy dýzy s různými modifikacemi tvaru.

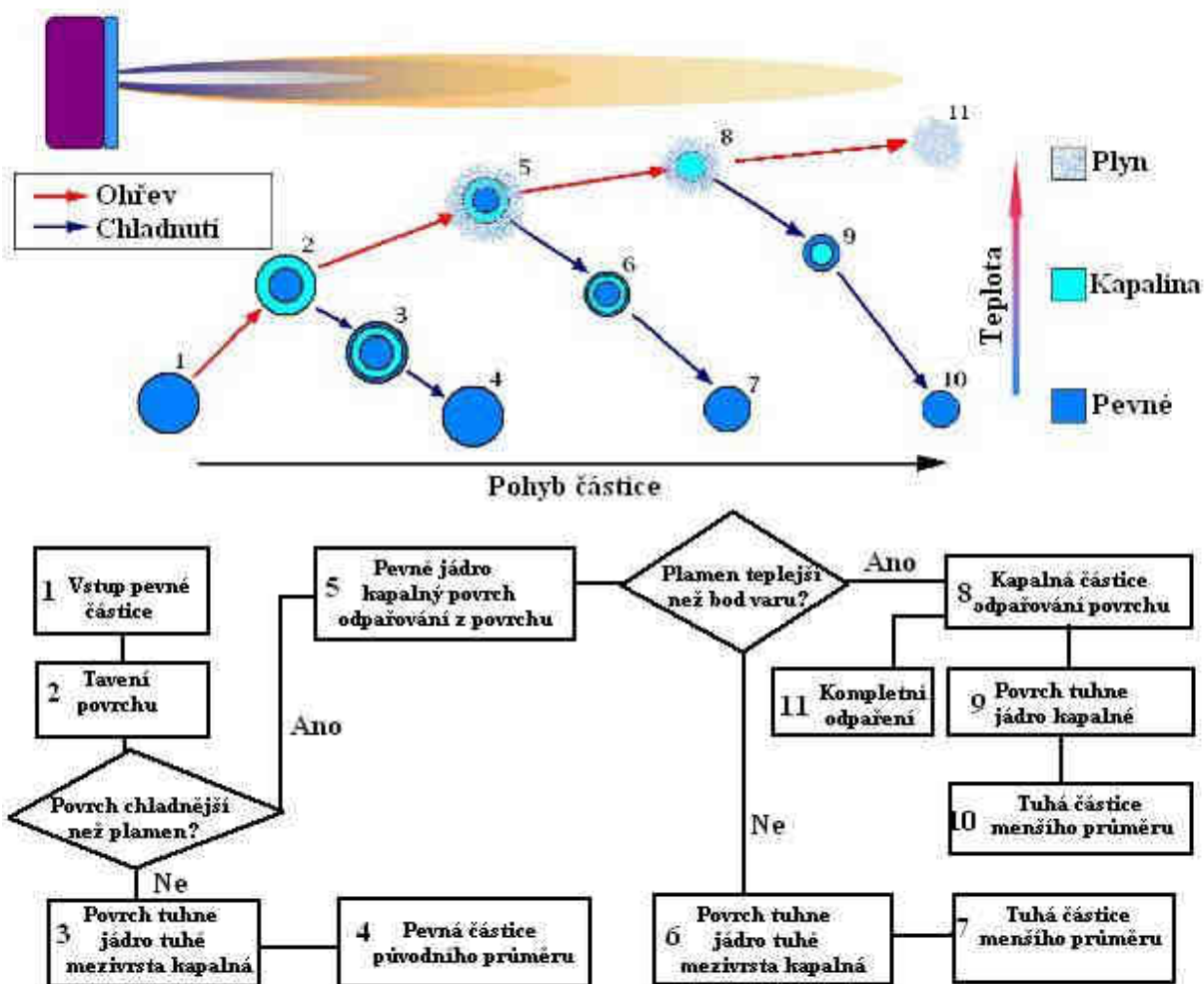
Protože Lavalovu dýzu využívají obě technologie bude jí věnována kapitola 2.2.3.

Řídící systémy

Kontrolují proces, zajišťují jeho optimální průběh a snižují nároky na obsluhu.

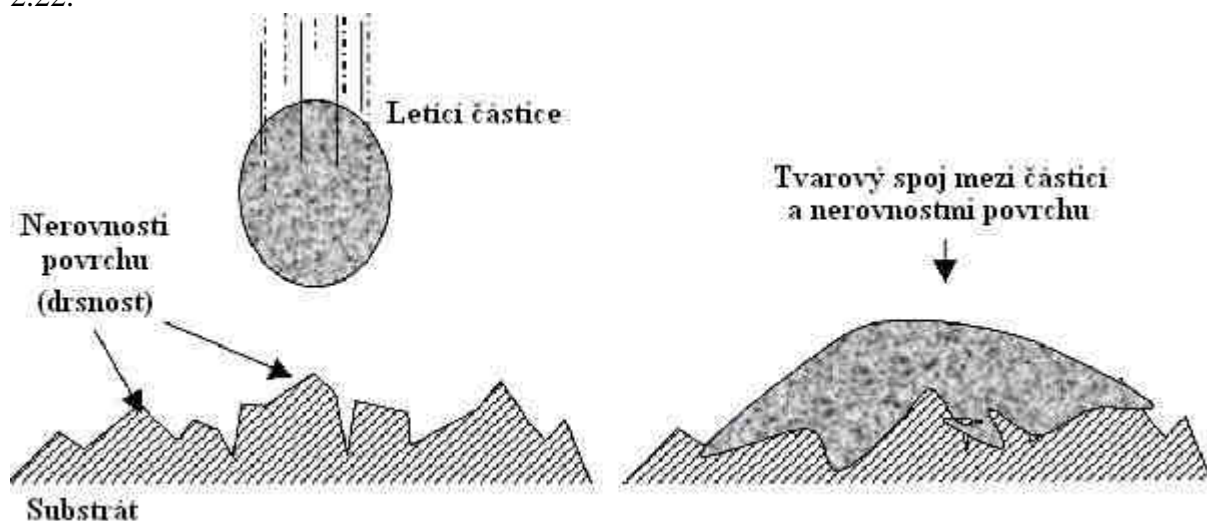
Interakce částic s povrchem

Částice prášku jsou vlivem velmi vysoké rychlosti vystaveny teplotě pouze po krátkou dobu. Díky kratšímu ohřevu dosahují částice nižších teplot a nemusí být zcela nataveny (Obr. 2.21). Energie nutná pro kvalitní ukotvení na povrchu je zde dodána rychlostí částice.



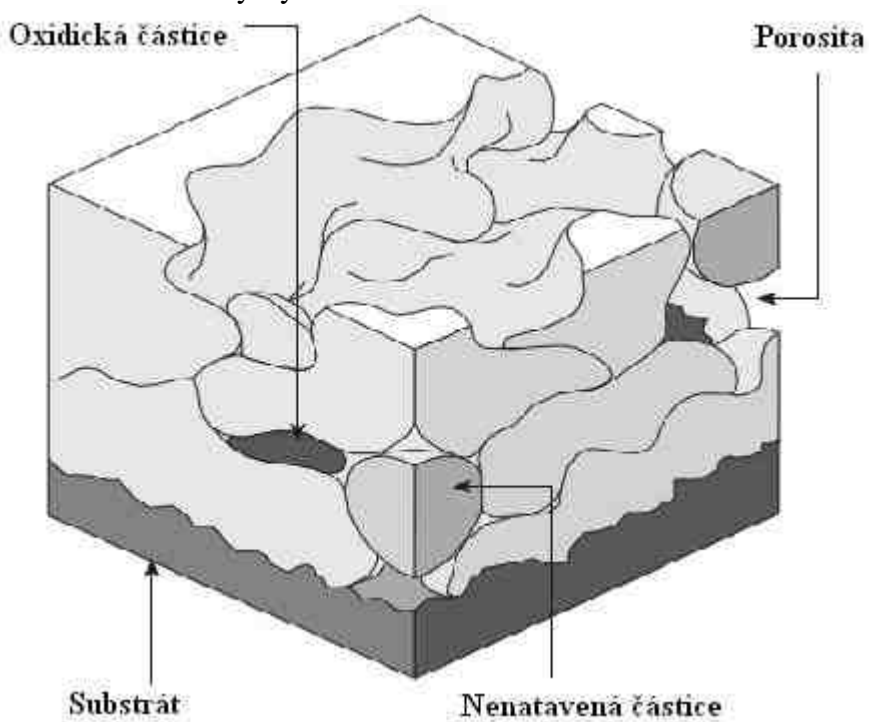
Obr. 2.21 Schématické znázornění ohřevu a chlazení částice [21]

Při dopadu částice na substrát dochází vlivem její velmi vysoké rychlosti k rozprostření a zakotvení na drobných nerovnostech povrchu. Natavená částice „zateče“ do nerovností povrchu substrátu a po jejím zchlazení vzniká tvarový spoj schematicky zobrazený na Obr. 2.22.



Obr. 2.22 Vznik tvarového spoje při dopadu částice [21]

Další dopadající částice se s podkladem tvořeným kombinací substrátu a zachycených částic spojují stejným způsobem a vytvářejí vrstvu nástřiku (Obr. 2.23). Dokonalým rozptřením dopadajících částic je snížena porosita, stále však kvůli vysoké teplotě procesu dochází k oxidaci částic a následnému výskytu oxidů ve struktuře.



Obr. 2.23 Náčrt struktury žárového nástřiku [1]

Průmyslové aplikace

Tab. 3 Využití povlaků připravených technologií HVOF [11]

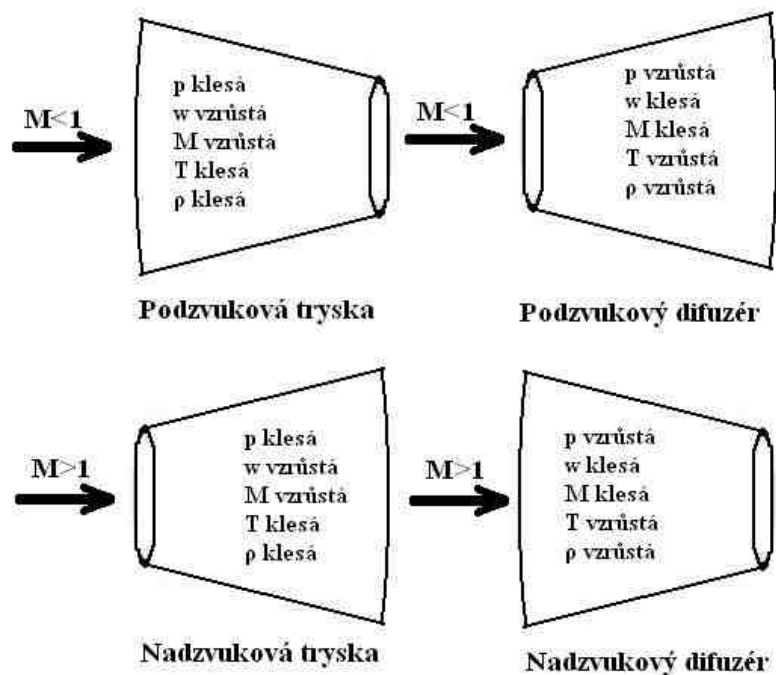
Typ	Využití
Letectví	Lopatky střední délky, listy kompresorů, pata turbínového listu, uložení statoru a rotoru, podvozky, pohony, dráhy klapky, klouby rotoru helikoptéry
Energetika	Průmyslové plynové turbíny, misky Peltonovy turbíny, trysky a listy, výfukové turbíny
Automobilový průmysl	Vidličky řazení převodovky
Přeprava a těžký průmysl	Hydraulické tyče, písty, součásti řízení lodí
Tiskařství a papírnictví	Tiskařské válce, inkoustové válce, přítlačné válce
Petrochemický průmysl	Komponenty pump, šoupátka, kulové ventily, sedla ventilů, výfukové potrubí, sací tyče, hydraulické tyče, pohybové šrouby
Sklářství	Průtlačník pro sklo
Zpracování kovů	Vodítka a válce v ocelárnách, tažnice, zápusťky, střižníky
Textilní průmysl	Vodítka vláken
Různé průmyslové využití	Tělesa čerpadel, nákolky a hřídele, průtlačníky pro plasty, zdvihátka, třecí kroužky, lože posuvu, oprava opotřebovaných dílů

2.2.3. Lavalova dýza

Lavalova dýza nazývaná též konvergentně divergentní tryska se skládá ze dvou částí.

Vstupní částí je podzvuková tryska – zužující se komolý jehlan. V případě Lavalovy dýzy je na jeho konci dosažena rychlost zvuku.

Výstupní částí je nadzvuková tryska – rozšiřující se komolý jehlan. Plyn vstupující rychlostí zvuk z podzvukové trysky je zde dále urychlován na nadzvukovou rychlost. [22]



Obr. 2.24 Schématické znázornění typů trysek a difuzérů

Tvar Lavalovy dýzy je důležitý pro dosažení požadované rychlosti pracovního plynu a tak i částic prášku v procesech cold spray i HVOF (Obr. 2.26, Obr. 2.27). Nevhodný návrh může snižovat výkon či znemožnit dosažení nadzvukových rychlostí.

Chování proudících plynů při změnách průřezu potrubí popisuje několik rovnic.

Rovnice kontinuity

Význam této rovnice lze slovně vyjádřit takto:

Hmotnostní průtok v potrubí se se změnami jeho průřezu nemění. [22]

$$\dot{m} = \frac{S \cdot w}{v} = konst. \quad (1)$$

Kde:

\dot{m} – hmotnostní průtok

S – průřez trubice

w – rychlost proudění v trubici

v – hustota plynu

Bernoulliho rovnice

Bernoulliho rovnice popisuje souvislost tlaku a rychlosti při proudění plynů v potrubí. [22]

$$p_1 + \frac{w_1^2}{2} \rho_{stř} = p_2 + \frac{w_2^2}{2} \rho_{stř} \quad (2)$$

Kde:

p – tlak

w – rychlost proudění v trubici

$\rho_{stř}$ – střední hustota kapaliny

Pro seznámení s funkcí Lavalovy dýzy v zařízení je vhodné zavést zjednodušující předpoklady:

-Plyn má na počátku nulovou rychlost

-Neuvažujeme ztráty

Zjednodušení je velmi hrubé, umožňuje však snadné přiblížení základních principů funkce.

Plyn nejdříve dosáhne v konvergentní části trysky kritické rychlosti. Tuto rychlost je možno určit ze vztahu:

$$w_k = \sqrt{\frac{2 \cdot \kappa}{\kappa + 1} p_0 v_0} \quad (3)$$

Kde:

w_k – kritická rychlost

p_0 – tlak v nádobě

v_0 – hustota plynu v nádobě

κ – adiabatická konstanta

Kritická rychlost je rovna rychlosti zvuku při daných podmínkách. [22]

Hmotnostní průtok tryskou je pak:

$$\dot{m} = \frac{S_k \cdot w_k}{v_k} \quad (4)$$

Kde:

$$v_k = v_0 \left(\frac{p_0}{p_k} \right)^{\frac{1}{\kappa}} \quad (5)$$

Kde:

\dot{m} – hmotnostní průtok

S_k – průřez hrdla

w_k – kritická rychlost

v_k – hustota plynu při kritické rychlosti (v hrdle)

v_0 – hustota plynu v nádobě

p_0 – tlak v nádobě

p_k – tlak při kritické rychlosti (v hrdle)

κ – adiabatická konstanta

Hodnota kritického průtoku je maximální možnou hodnotou. V divergentní části trysky pak podle rovnice kontinuity platí:

$$\dot{m} = S_k \frac{w_k}{v_k} = S_2 \frac{w_2}{v_2} \quad (6)$$

Kde:

\dot{m} – hmotnostní průtok

S_k – průřez hrdla

w_k – kritická rychlost

v_k – hustota plynu při kritické rychlosti (v hrdle)

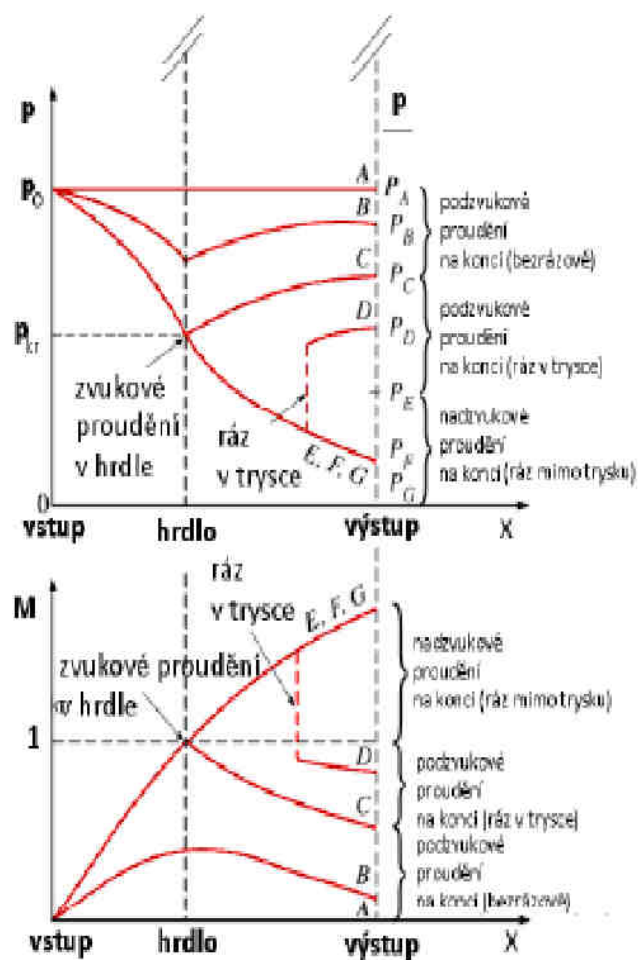
S_2 – průřez potrubí

v_2 – hustota plynu v nádobě

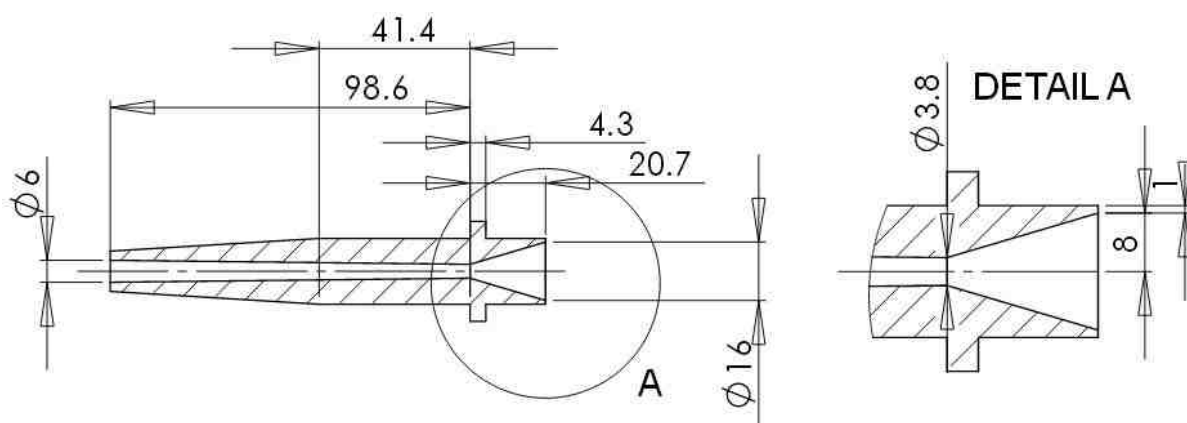
w_2 – rychlost plynu

Z těchto rovnic je možno určit rychlost proudu či parametry pro požadovanou rychlost proudu plynu. [22]

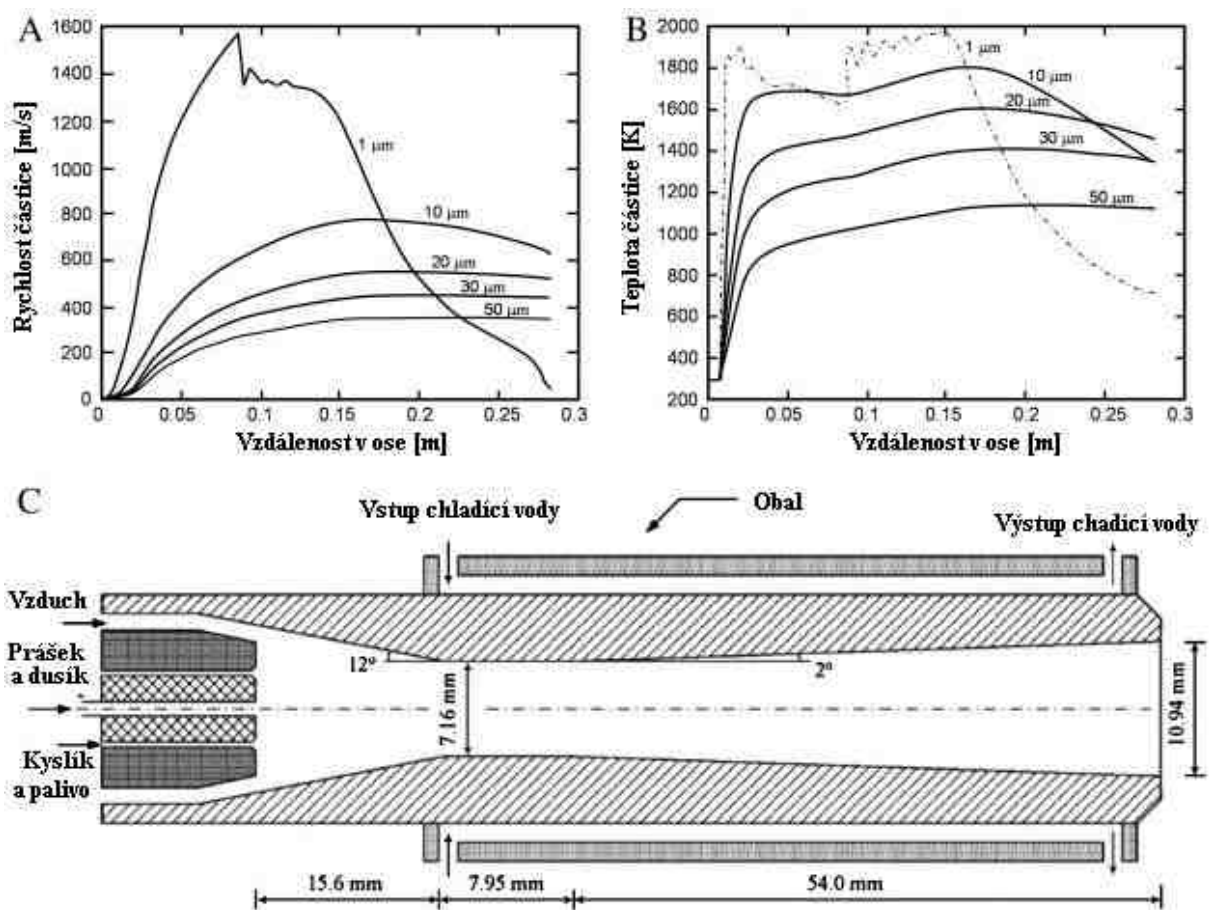
Souvislost rychlosti proudění v trysce a tlaku ukazuje Obr. 2.25.



Obr. 2.25 Souvislost tlaku a rychlosti v Lavalově dýze [22]



Obr. 2.26 Rozměry Lavalovy dýzy v zařízení pro cold spray



Obr. 2.27 Rozměry Lavalovy dýzy použité v HVOF zařízení [23]

2.2.4. Vlastnosti a hodnocení prášků pro nástřiky

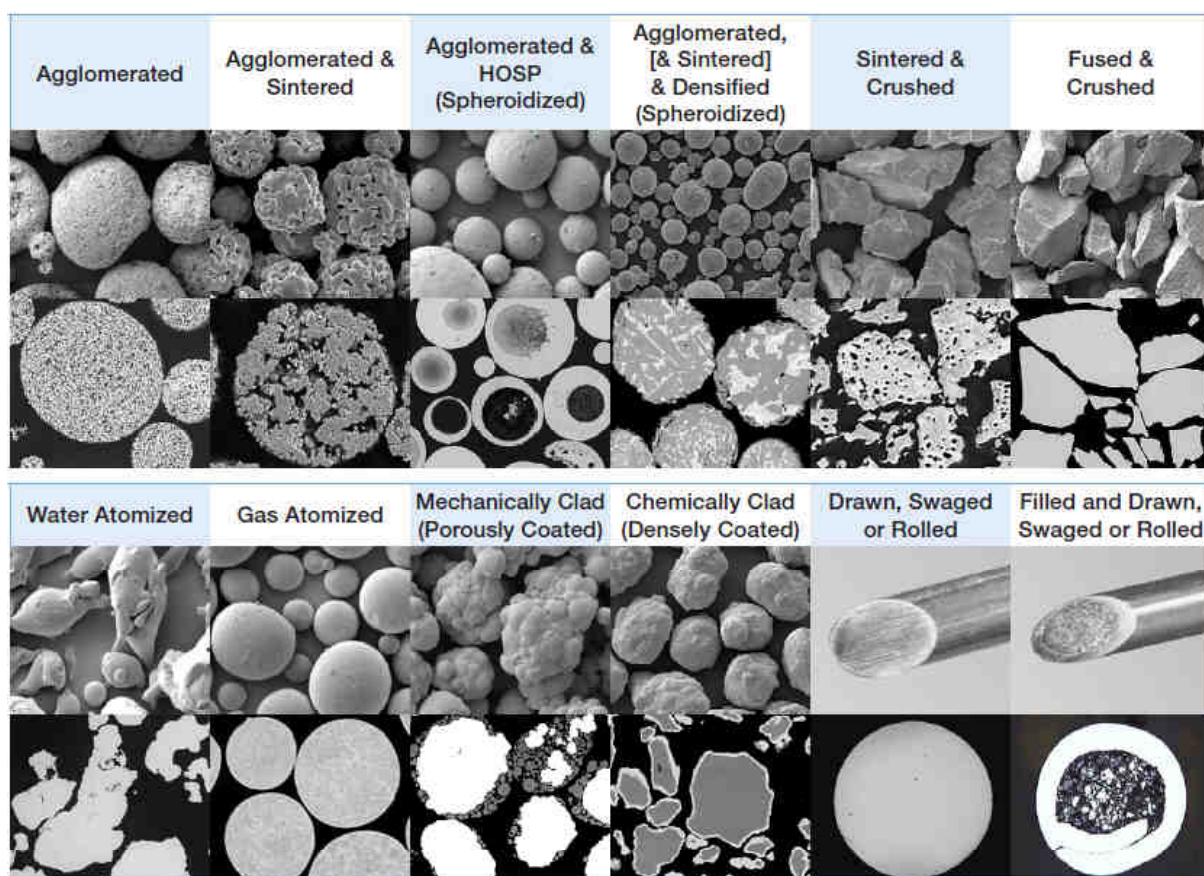
Vlastnosti použitého výchozího prášku jsou jedním z klíčových faktorů ovlivňujících vlastnosti a celkovou kvalitu připraveného nástřiku. Vzhledem k rozdílnosti různých metod není možno vytvořit optimální prášek pro všechny technologie. Například pro metodu cold spray jsou vhodné hranaté částice rozměru přibližně 20 μm , technologie HVOF využívá nejvíce prášků s kulatými částicemi průměru okolo 50 μm .

Existuje několik základních faktorů, které lze u prášků sledovat. Základním, který určuje ostatní parametry, je způsob výroby.

Metoda přípravy prášku

Způsob přípravy částic rozhoduje o jejich morfologii (Obr. 2.28), která hraje významnou roli při nástřiku. Tvar částice je faktor určující tekutost prášku. Dalším faktorem, který je možné vzít v úvahu je fakt, že ostrohranné částice erodují trysky v hořáku při vyšších rychlostech, z čehož plyne nutnost časté výměny trysek. Pokud to složení dovoluje, je z tohoto pohledu vhodné používat kulovité nebo alespoň neostrohranné částice. [1][4]

Tvar částic prášku se stanovuje pozorováním jednotlivých částic světelnou nebo řádkovací elektronovou mikroskopií.



Obr. 2.28 Různé morfologie prášků v závislosti na způsobu výroby [25]

Nejčastějšími technologiemi jsou:

Atomizace plynem/vodou

Tato metoda se používá pro výrobu kovových a slitinových prášků. Proces atomizace se skládá z:

1. roztavení kovu nebo slitiny (většinou indukčním ohřevem) a přivedení taveniny do předehřátého nalévacího hrdla
2. průchodu taveniny kalibrovaným hrdlem
3. přivedení taveniny do trysky
4. atomizace taveniny médiem pod vysokým tlakem
5. tuhnutí jednotlivých kapek taveniny při letu v komoře

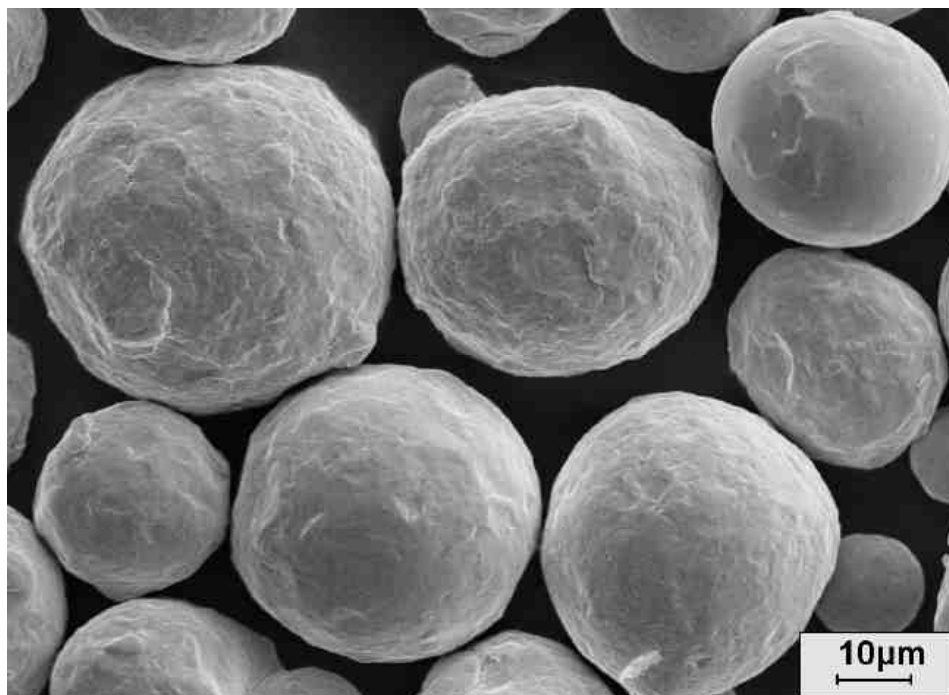
Médiem pro atomizaci je obvykle plyn nebo voda. Atomizace vodou poskytuje nepravidelné částice bez ostrých hran (Obr. 2.30). Naproti tomu atomizace plynem (vzduch, pára, dusík, argon, helium) poskytuje téměř ideálně kulovité částice (Obr. 2.29).

Čistota chemického složení prášku (především nízký obsah oxidů) je dána:

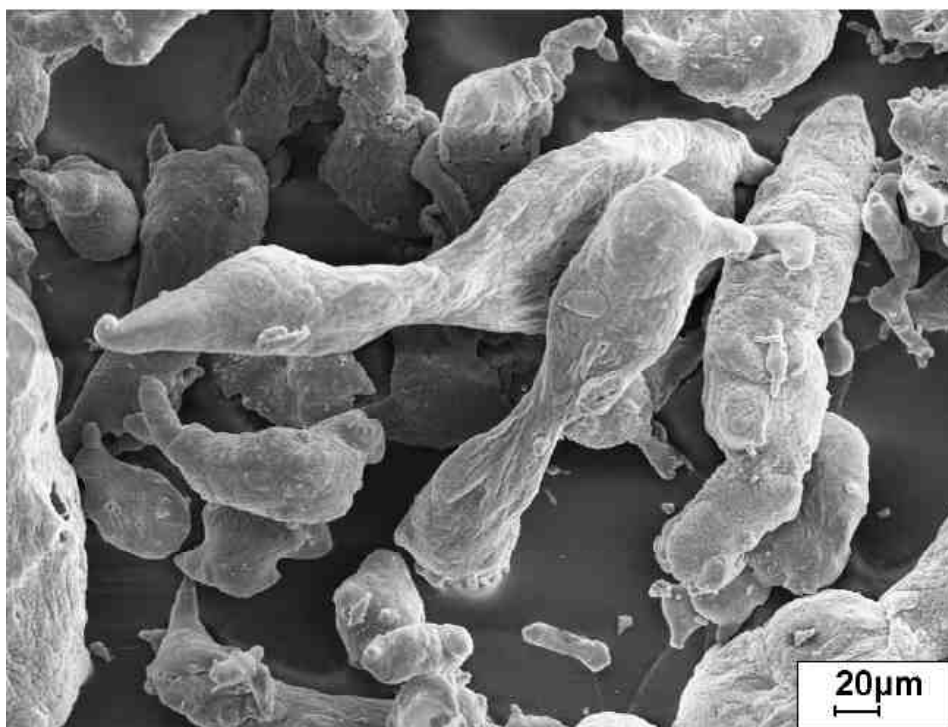
- atmosférou v tavící komoře (nejvyšší čistota je dosahována při použití vakua, poté inertních plynů a nejnižší při použití vzduchu)
- atomizačním médiem (nejvyšší čistota je dosahována při atomizaci plynem, nejnižší při atomizaci vodou)
- chladicím médiem v kolektoru prášku (nejvyšší čistota je dosahována při chlazení plynem, nejnižší při chlazení vodou)

Prášky připravené pomocí atomizace mají velmi nízkou vnitřní pórovitost a díky kulovitému (příp. neostrohrannému) tvaru mají i výbornou tekutost.

Výhodou této metody je její rychlost, obvykle se rychlost procesu pohybuje mezi 20-60 kg/min. [23]-[26]



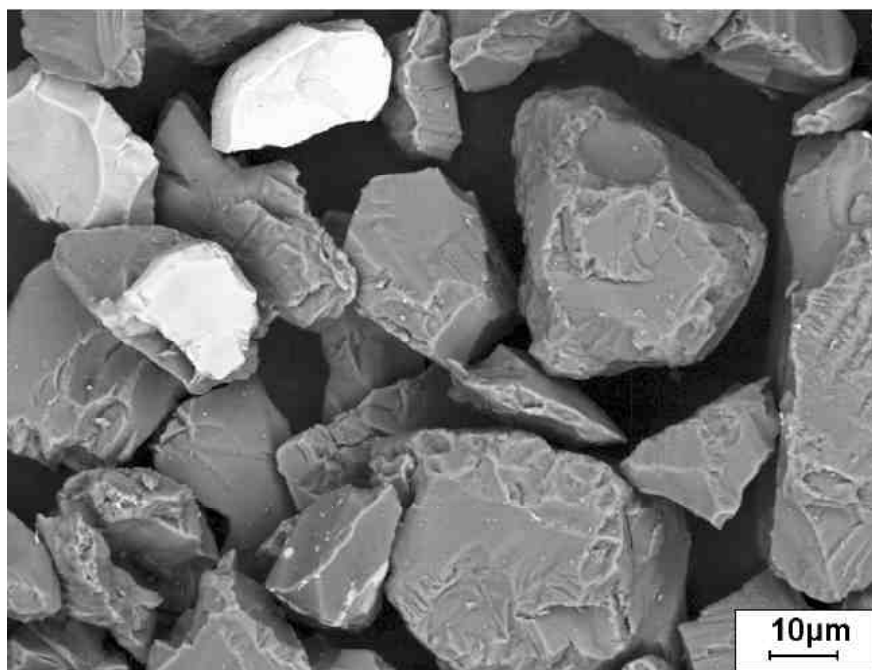
Obr. 2.29 Detail morfologie prášku vyrobeného technologií atomizace plynem [26]



Obr. 2.30 Detail morfologie prášku vyrobeného technologií atomizace vodou [26]

Mleté a drcené prášky

Tato metoda může být použita pro výrobu oxidů, karbidů nebo cermetů. Pomocí odlití nebo sintrování dostaneme blok požadovaného materiálu, který je následně rozdrcen na jednotlivé částice požadované zrnitosti. Takto připravené prášky mají nepravidelné ostrohranné částice, což výrazně snižuje tekutost těchto prášků. Pro zlepšení tekutosti je možné nadrcené prášky podrobit sferoidizaci pomocí kyslíko-acetylenového plamene nebo plasmatu. [23]-[26]



Obr. 2.31 Detail morfologie prášku vyrobeného technologií drcení a mletí [26]

Aglomerované a slinované prášky

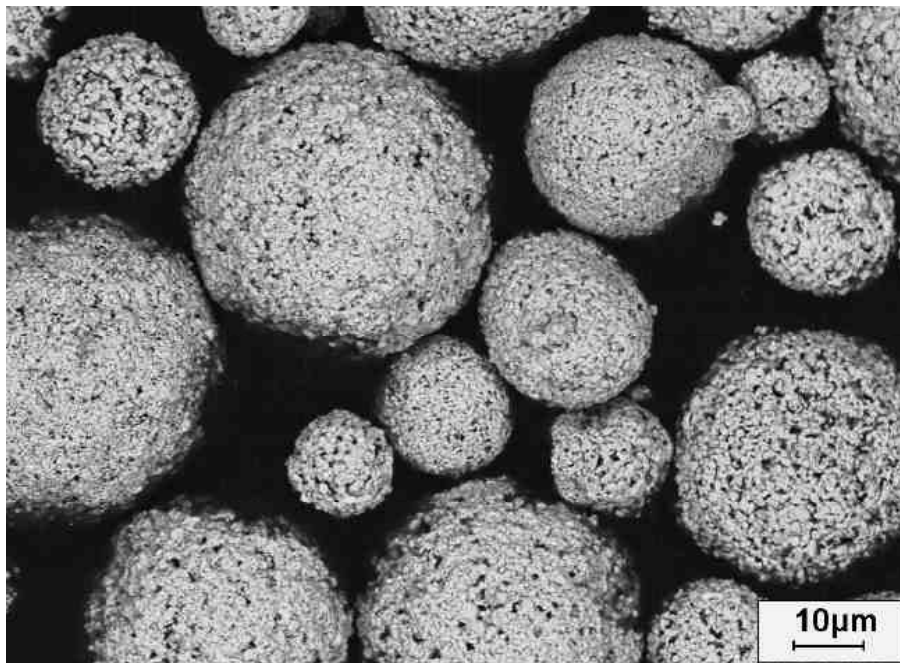
Tato metoda je nejuniverzálnější, protože nám dovoluje přípravu práškových směsí. Aglomeraci je možné použít pro výrobu kovových, oxidických, karbidických i cermetových prášků.

Proces aglomerace se skládá z:

1. vytvoření kašovitě hmoty z požadovaného materiálu, organického pojiva a vody
2. přivedení této hmoty pomocí pump do atomizéru, kde dojde k rozdělení hmoty na jednotlivé částice
3. vysušení jednotlivých částic (vypaření vody) během jejich dopadu v komoře pomocí vyčištěného a ohřátého plynu
4. zachycení jednotlivých částic v kolektoru

Příprava kašovitě hmoty začíná rozptýlením jemného prášku ve vodě. Nejdůležitější součástí je pojivo, které musí být rozpustné ve vodě (pro vytvoření kašovitě konzistence) a dále musí po vysušení vytvořit tenký povlak na povrchu aglomerovaného materiálu. Typická pojiva jsou: polyvinyl alkohol, metylcelulóza, polyethylén glykol. Typický obsah pojiva je 2-5 váhových procent a obsah prášku se pohybuje mezi 50 a 80 váhovými procenty. Pro atomizaci kašovitě hmoty se používají dva základní principy. První spočívá v dopadu hmoty na rotující disk (až 20 000 otáček za minutu), kde dojde k rozdělení hmoty na jednotlivé částice. Druhý princip spočívá v průchodu hmoty malým otvorem, za kterým je hmota atomizována do jednotlivých částic pomocí (nejčastěji dvou) proudů stlačeného vzduchu.

Aglomerizované prášky jsou relativně pórovité (Obr. 2.32), což je obecně bráno jako nevýhoda pro technologie žárových nástřiků a z tohoto důvodu jsou takto vyrobené prášky obvykle dále zhušťovány, což se provádí pomocí tepelného zpracování nebo pomocí plasmatu. [23]-[26]



Obr. 2.32 Detail morfologie prášku vyrobeného technologií aglomerace a slinování [26]

Povlakované prášky

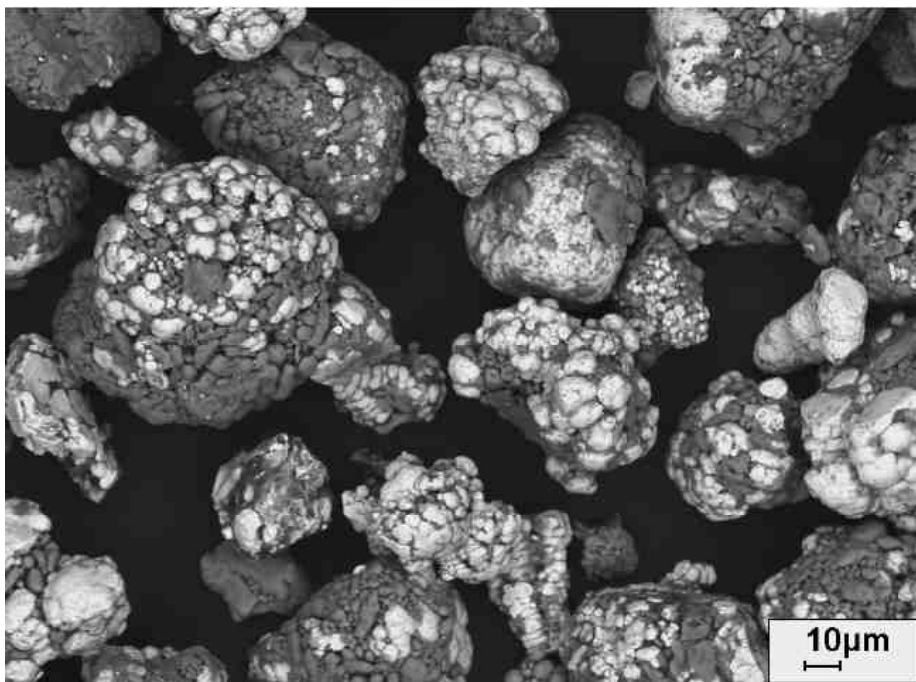
Povlakované prášky mají jádro z jednoho materiálu povlakované jiným materiálem. Tento povlak může být buď celistvý nebo pórovitý.

Důvody vytváření povlakovaných prášků jsou:

- materiál jádra částice prášku je nutné ochránit proti působení plamene nebo plasmatu (např. jádro z Cr_3C_2 povlakované NiCr nebo jádro z grafitu povlakované niklem)
- zvýšení přilnavosti povlaku - např. byl vyvinut prášek s jádrem z hliníku povlakovaným niklem. Tyto složky reagují při teplotě 923 K a vytvářejí NiAl, přičemž tato reakce je exotermická a uvolní se při ní 117-284 kJ/mol, což vede ke zvýšení přilnavosti
- zvýšení smáčivosti a tekutosti keramických povlaků, čehož je dosaženo povlakováním keramických jader kovovými vrstvami

Celistvé (husté) povlakování je realizováno hydrometalurgickým pochodem, kde dochází k redukci kovových solí materiálu povlaku ve vodíkové atmosféře za vysokého tlaku. Základními předpoklady použití této metody je, že materiál jádra nereaguje s roztokem, je katalyticky aktivní pro výše popsanou reakci a částice musí zůstat rozptýleny v roztoku. Velikost jádra jednotlivých částic se pohybuje od několika desítek do sta mikrometrů. Redukce kovů může být realizována ze síranů, dusičnanů nebo acetátů. Reakce probíhá v autoklávech za tlaku 2-4 MPa a teplot v rozmezí 450-520 K. Typické materiály používané jako povlaky na jádra jsou nikl, kobalt, měď, stříbro nebo molybden. Typická tloušťka povlaku je několik mikrometrů, ale může být i vyšší.

Pórovité povlakování sestává z vytvoření směsi jemných (typicky menších než 10 μm) částic, které tvoří povlak společně s pojivem. Tato směs je následně smíchána s částicemi jádra a dále vysušena. Tím dojde k ulpění jemných částic na částicích jádra, čímž se na nich vytvoří pórovitý povlak. [23]-[26]



Obr. 2.33 Povlakovaný prášek [26]

Tekutost

Tekutost prášku je klíčový faktor ovlivňující spolehlivost, plynulost a reprodukovatelnost celého procesu žárového nástřiku. Čím více se tvar částic prášku blíží kulovitému tvaru, tím lepší je jeho tekutost. Tekutost je dále ovlivněna hustotou, velikostí částic a jejím rozložením. Pro měření tekutosti prášku se používá metoda, kdy se určuje čas potřebný k průtoku definovaného množství prášku skrz otvor s kalibrovaným vnitřním průměrem. Přípravek pro měření tekutosti prášku je zobrazen na Obr. 2.34. Podle ASTM B213-83 jsou parametry zkoušky následující: 50 g prášku a vnitřní průměr 2,54 mm. [27]



Obr. 2.34 Přípravek pro měření tekutosti prášku [27]

Hustota

Hustota prášku je důležitá charakteristika jak při výrobě prášku, tak i při jeho následné aplikaci. V mnoha případech se používá jako indikátor správnosti procesu výroby prášků. Hustota prášku ovlivňuje především jeho tekutost a schopnost prášku absorbovat teplo od plamene nebo plasmatu. Obě tyto vlastnosti výrazně ovlivňují výslednou kvalitu povlaku. Většinou se pod pojmem hustota prášku skrývá takzvaná zdánlivá hustota, jejíž určování spočívá ve zvážení přesně stanoveného objemu prášku (podle ASTM B329-76 [28] – obvykle 25 cm³). Porovnáním tabulkové hustoty se zdánlivou hustotou je možno určit vnitřní porositu prášku. Vyhodnocení porosity je také možné provést obrazovou analýzou SEM snímku metalografického výbrusu připraveného zalitím částic prášku.

Zrnitost a její rozložení

Každá metoda žárového nástřiku vyžaduje specifickou zrnitost prášku. Příliš malé nebo naopak příliš velké částice pro danou metodu negativně ovlivňují celou řadu výsledných vlastností povlaku, a to především pórovitost, přilnavost, kohezi a tvrdost. Pokud jsou částice příliš malé může docházet k jejich ulpívání na vnitřních stěnách trysek hořáku nebo může

dokonce dojít k úplnému zacpání trysky. Pokud jsou částice příliš velké, nedojde k jejich dokonalému protavení, či v případě metody cold spray nedostatečnému urychlení. Tyto částice se při dopadu na povlakovanou součást buď odrazí nebo dojde k jejich nedokonalému rozprostření a nevytvoří plochý splat. Správná volba zrnitosti prášku je také důležitá z hlediska depoziční účinnosti celého procesu. Ideální případ by nastal, pokud by bylo možné provádět nástřik s práškem jednotné zrnitosti. Ve skutečnosti jsou všechny komerčně dostupné prášky dodávané v určitém intervalu zrnitostí (např. u prášku WC-17%Co pro HVOF nástřik je obvyklá zrnitost 15-45 μm). Příliš úzký interval zrnitosti prášku výrazně zvyšuje jeho cenu a naopak příliš široký interval zrnitosti snižuje depoziční účinnost procesu a také kvalitu povlaku. Kromě šířky intervalu zrnitosti prášku je důležitým faktorem rozložení částic uvnitř tohoto intervalu. Požadované zrnitosti prášku se po jeho výrobě dosahuje pomocí prosévání. Rozložení zrnitosti prášku je obvykle charakterizováno pomocí tří hodnot velikostí otvorů síta označovaných jako d_{10} , d_{50} a d_{90} . Tyto hodnoty odpovídají 10%, 50% a 90% hmotnostních procent prošlého množství prášku skrz síto dané velikosti otvorů.

Určování zrnitosti se provádí vždy pouze na malém vzorku prášku (obvykle několik gramů), proto je důležité pro toto určování odebrat z celkového množství prášku reprezentativní vzorek. Dále je nutné zajistit, aby v tomto vzorku nedocházelo ke shlukování jednotlivých částic do aglomerátů, což by následně vedlo k nesprávným výsledkům. Odběr vzorku prášku je popsán např. v ASTM B215-10. [29] Pro samotné určení zrnitosti se používá několik metod: např. prosévací analýza (ASTM B214-07(2010) [30]), rentgenová absorpční analýza nebo rozptyl laserového paprsku.

Jednotnost mezi dávkami

Jednotlivé prášky jsou vyráběny v dávkách od několika kilogramů po několik stovek kilogramů. Zajištění stejných vlastností prášku mezi jednotlivými dávkami je klíčovým faktorem celého procesu výroby prášku.

Pro konečné uživatele prášků je toto důležité z hlediska používání stále stejných depozičních parametrů bez nutnosti jejich optimalizace při každé změně dávky prášku. Jednotnost parametrů zaručuje reprodukovatelnost nástřiku.[4]

2.3. Experimentální metody pro žárové nástřiky

2.3.1. Pozorování

Prosté pozorování

Před jakýmkoliv použitím přístrojové techniky je vhodné provést pozorování pouhým okem. Tato kontrola může odhalit například makroskopické trhliny, nepravidelnosti a nasměrovat tak zkoumání přístroji do zajímavých oblastí.

Pozorování optickým mikroskopem

Pozorování se provádí na vyleštěném metalografickém výbrusu. V případě nástřiků se jedná především o pozorování řezů kolmých na povrch. Na těchto řezech je vyhodnocována porosita, přítomnost nečistot, vměstků a tloušťka nástřiku. Pro vyhodnocení porosity se s výhodou využívají analytické programy. Dále je možno pozorováním v optickém mikroskopu vyhodnocovat strukturu prášku – tvar a rozměr jeho částic. Broušením prášku zalitého v pryskyřici je možno připravit vzorky pro pozorování řezu částicemi.

Významnou nevýhodou je malá hloubka ostroty.

Pozorování v SEM

Hlavní výhodou pozorování v SEM je větší hloubka ostrosti a možnost většího zvětšení. Vyšší hloubka ostrosti umožňuje pozorování členitých povrchů, například lomů, struktury povrchu a rozhraní.

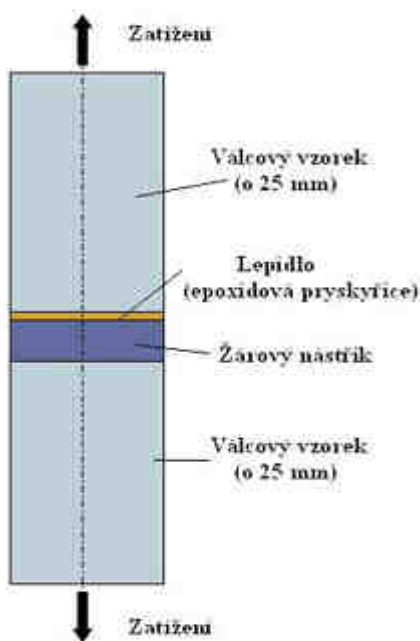
Důležitou výhodou je možnost provádění plošných i bodových analýz chemického složení. Je také možné provést mapping chemického složení, který zobrazuje zastoupení jednotlivých prvků v různých oblastech. V našem případě mapping umožňuje snadno identifikovat oxidické částice a stanovit jejich podíl ve struktuře.

2.3.2. Měření na nástřiku spojeném se substrátem

Adheze nástřiku

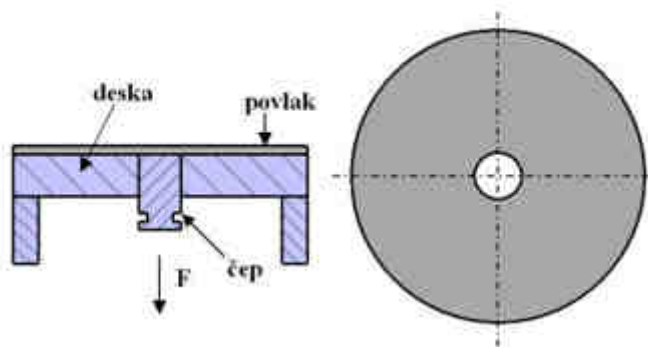
Přilnavost nástřiku k podkladu je významnou veličinou určující odolnost nanesené vrstvy. Případná nízká přilnavost povlaku může způsobit selhání mechanicky kvalitního povlaku v důsledku odlupování.

Normalizovaná metoda dle ASTM C-633-01 [31] (ČSN EN 582) spočívá v tahovém zatížení válcového vzorku podle Obr. 2.35. Zkušební tyč je vytvořena slepením poloviny s nástřikem s nepovlakovaným protikusem. Nedostatkem této metody je použití lepidla, které musí dosahovat vyšší adheze než samotný nástřik. Případné odtržení procházející lepidlem, či jeho rozhraním znamená neplatnou zkoušku.



Obr. 2.35 Schéma zkoušky přilnavosti dle ASTM 633-69 (ČSN EN 582) [5]

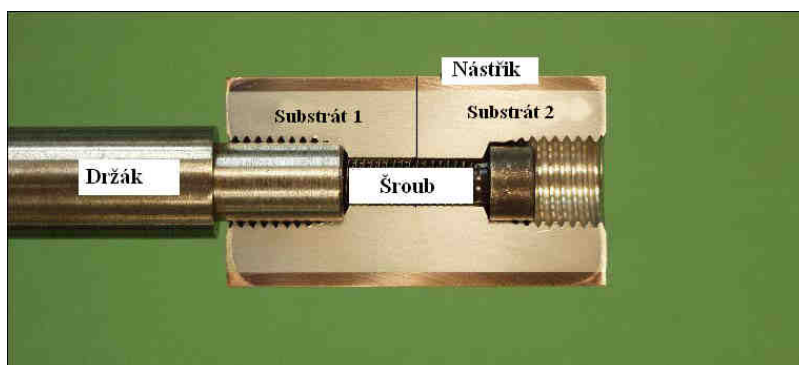
K měření přilnavosti lze použít i metodu vyvinutou Ambrožem (Obr. 2.36). Metoda nevyužívá k přenosu síly lepidlo, vyžaduje však samonosný nástřik. Principem je vytržení čepu o průměru 20 mm z nástříkaného kompletu deska – čep. Čep je před nástřikem spojen s deskou, společně jsou otryskány a nástříkány povlakem, čímž dojde k jejich vzájemnému spojení. Při měření pak určíme sílu nutnou k vytržení čepu z desky.



Obr. 2.36 Schéma zkoušky přilnavosti dle Ambrože [5]

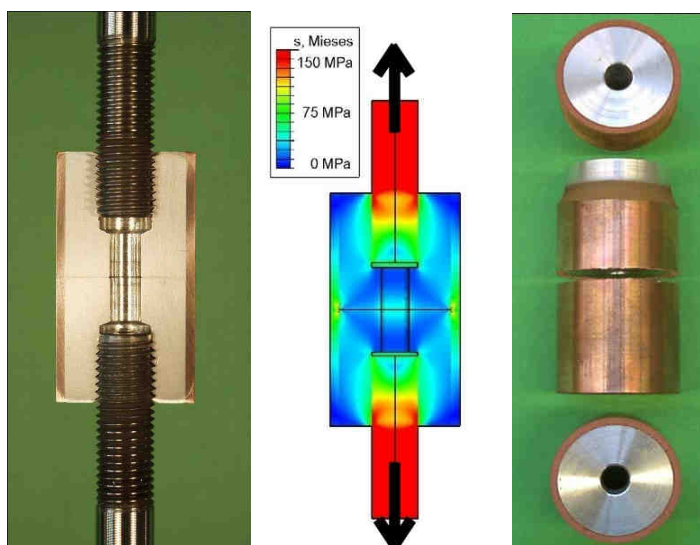
Tubular coating test

Tato metoda testuje kohezi nástríku. Zkušební těleso je tvořeno dvěma stejnými válci, které jsou sešroubovány, jejich povrch je otryskán a následně je na ně nanesen nástrík. Zkušební těleso s naneseným nástríkem je zobrazeno na Obr. 2.37.



Obr. 2.37 Zkušební těleso zkoušky TCT [32]

Připravené zkušební těleso je pak pomocí vnitřních závitů upnuto do trhacího stroje (Obr. 2.38a) a je provedena běžná zkouška tahem.



Obr. 2.38 a) upnuté zkušební těleso b) MKP simulace tahu c) zkušební těleso po zkoušce [32]

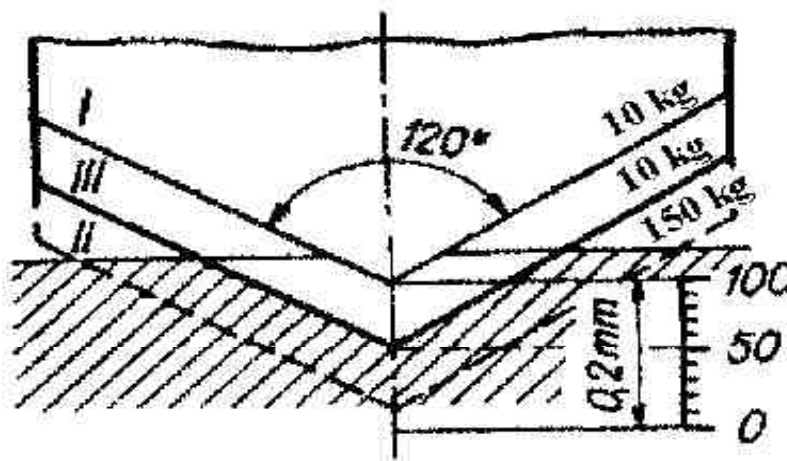
Pro výpočet napětí je pak použita pouze plocha samotného nástřiku, na Obr. 2.38c zřetelně odlišeného od substrátu. Případná vlnitost, či vysoká drsnost ztěžuje určení plochy mezikruží tvořeného nástřikem. V případě, že drsnost či vlnitost přesáhne 1/5 tloušťky nástřiku je nutné nástřik obrobit. Dále pak ostré rozhraní mezi substráty vede ke koncentraci napětí, které je patrné na Obr. 2.38b. Skutečná pevnost v tahu je pak přibližně 1,5 – 1,7x vyšší než jednoduše vypočtená. [32]

Tvrдост

Hodnocení tvrdosti nástřiku je možné provést běžnými zařízeními. Je však nutné přihlédnout k tloušťce nástřiku, aby nedošlo k ovlivnění výsledků vlivem substrátu. Hloubka vtisku nesmí přesáhnout 1/10 síly nástřiku. Lze využít měření metodami Rockwell, Vickers i Knoop.

Rockwell

Metoda je vypracována pro sériové kontrolní zkoušky kalených, zušlechťovaných nebo jinak tepelně zpracovaných ocelí. Indentorem je diamantový kužel s vrcholovým úhlem 120° se zaoblením hrotu poloměrem 0,2 mm, nebo ocelová kulička. Tato zkouška tvrdosti nevyžaduje upravený povrch, neboť hloubka vtisku se měří tak, že při zatížení 98 N se ustaví hloubkoměr na nulu, zatíží se hlavní silou. Po odlehčení na hodnotu původních 98 N se odečte hloubka vtisku. Kdyby se odečítalo při plném zatížení, jevila by se tvrdost značně menší nejen o pružné deformace vtisku, ale také o veškeré pružné deformace stojanu stroje, podložky apod. (Obr. 2.39).



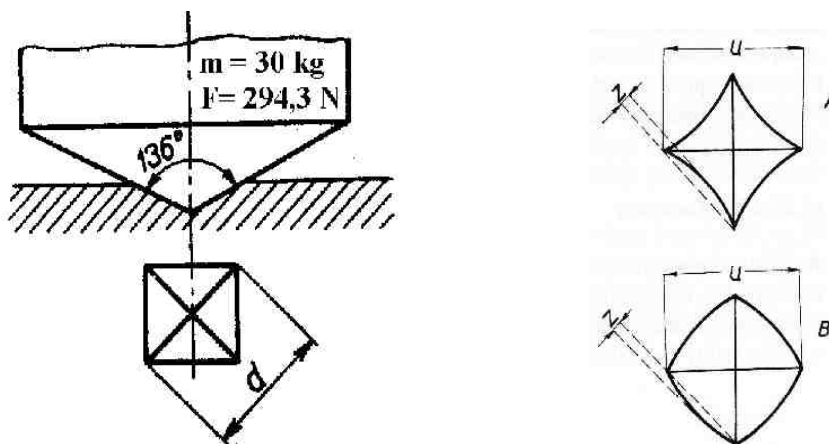
Obr. 2.39 Schéma indentace Rockwell [33]

Celková měřitelná hloubka při použití kuželového indentoru je 0,2 mm. Tato hloubka je rozdělena na 100 dílků. Nejměkčí kov, který se dá touto metodou zkoušet odpovídá pevnosti v tahu 80 MPa. Metodu HRC lze dle naší normy použít od minimální tvrdosti HRC 20. Doporučuje se ji však používat až od HRC 30, neboť při menších tvrdostech jsou naměřené tvrdosti málo přesné.

Pro měkčí materiály je nutno použít namísto diamantového kužele ocelovou kuličku s menším zatížením. U nejtvrdších materiálů, např. slinutých karbidů, je nebezpečí, že při zatížení 1471N dojde k poškození diamantového indentoru. Z tohoto důvodu se u nejtvrdších materiálů používá zatížení pouze 588 N (HRA). [33]

Vickers

Ve stejné době jako v Americe vznikla Rockwellova metoda vznikla v Anglii jiná vnikací zkouška, kterou popsali Smith a Sandland. V Evropě je tato zkouška známa podle tvrdoměru firmy Vickers. V USA je obvykle označována diamond pyramid hardness test. Indentorem je čtyřboký diamantový jehlan s vrcholovým úhlem stěn 136° , takže vznikají pravidelné čtyřhranné vtisky. Úhel je volen tak, aby tření co nejméně ovlivňovalo výsledek a dále tak, aby se hodnoty tvrdosti příliš neodlišovaly od tvrdosti stanovené metodou dle Brinella. Po provedení vtisku se měří jeho úhlopříčka. Obvyklá zatížení dle normy ČSN 42 0374 jsou 9,8; 29,4; 49; 98; 294 a 490 N.



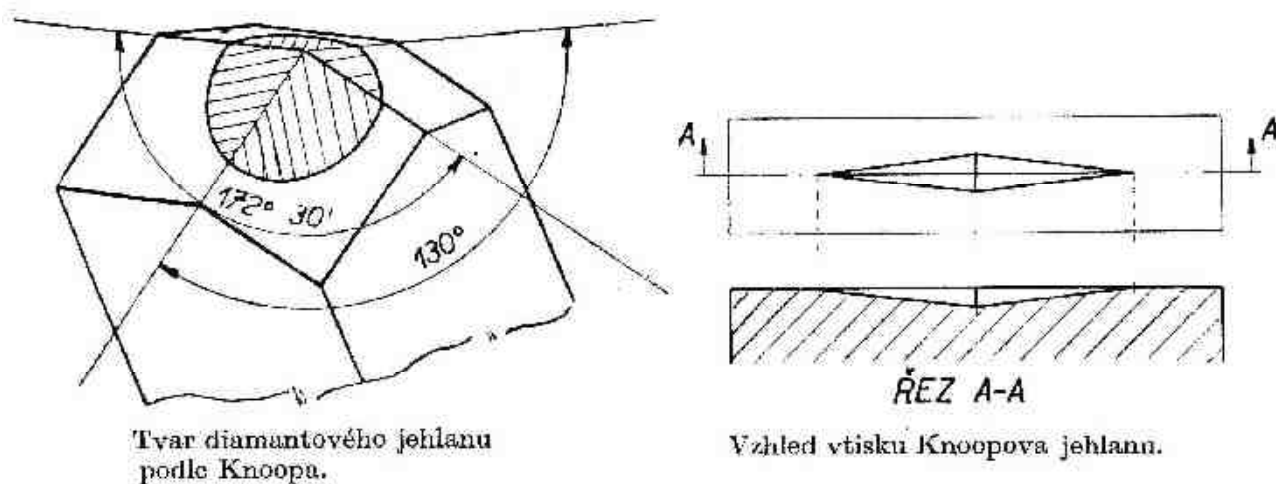
Obr. 2.40 Schéma indentace Vickers [34]

Vickersova zkouška dává jednotnou stupnici tvrdosti od nejměkčích kovů až po nejtvrďší kalené ocele. Hodnoty tvrdosti jsou na velikosti zatížení prakticky nezávislé. Přesto je-li zatížení jiné než dříve používaných 30 kp (29,4 N) je třeba toto zatížení uvést spolu s naměřenou hodnotou, např. HV10 – zatížení 10 kp. Následkem rozdílného zpevnění při hranách jehlanu a uprostřed ploch nemusí být průmět vtisku přesně čtvercový, nýbrž strany mohou být buď vyduté u měkkých materiálů (Obr. 2.40A), nebo naopak vypouklé u zpevněných materiálů (Obr. 2.40B).

Výhodou této metody je, že naměřené hodnoty tvrdosti jsou velmi přesné. Vtisky jsou poměrně malé, takže se ani čistě obrobená plocha příliš nepoškozuje. Pouze u kovů hrubozrnných nebo nehomogenních, jako je např. šedá litina, ložiskové kompozice apod., je malý vtisk nevýhodný a nelze obdržet jednoznačné výsledky. Dalším záporem této metody je, že lze použít pouze povrch, který má na určitou drsnost opracovanou plochu. [34]

Knoop

V roce 1939 byla v americkém National Bureau of Standards vypracována nová metoda zkoušky tvrdosti, jež se od metody Vickersovy odlišuje tvarem indentoru. Zkušební tělísko je rovněž diamantový jehlan, jehož základnou však není čtverec, ale velmi protáhlý kosočtverec. Vtisk má tvar kosočtverce s poměrem úhlopříček asi 1:7. U tohoto vtisku se proměřuje pouze delší rozměr úhlopříčky.



Obr. 2.41 Knoopův indentor a tvar indentace [35]

Výhodou Knoopova indentoru je, že deformace jsou relativně největší u krátké úhlopříčky a v tomto směru je tedy největší odpružení při odlehčení. Ve směru dlouhé úhlopříčky je odpružení zanedbatelné. Další výhodou je, možnost vtisky vytvořit tak, že lze s velkou přesností změřit tvrdost u úzkých součástí, např. drátů. Klade-li se delší úhlopříčka rovnoběžně s povrchem je možno u cementovaných popř. nitridovaných povrchů zachytit podstatně citlivěji změny tvrdosti než Vickersovým indentorem. S ohledem na malou hloubku průniku indentoru lze tuto metodu s výhodou použít i u materiálů se slabou povrchovou vrstvou.

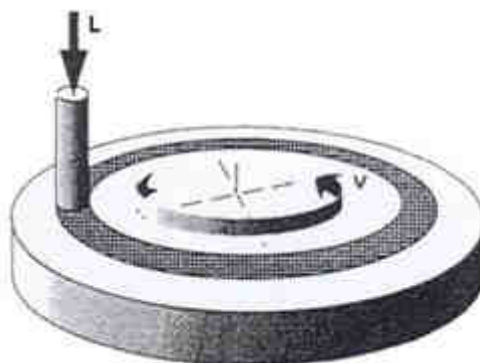
Zatížení se volí od 1,96; 2,94; 4,9; 9,8 N. Tvrdost dle Knoop se značí jako HK 0,2; HK0,3; HK0,5 nebo HK1. Knoopova metoda zdomácněla hlavně v USA, v posledních letech však nachází rovněž uplatnění v evropských zemích. [35]

Na základě sledování hodnot zatížení a hloubky průniku indentoru lze u metody dle Vickerse určit také modul pružnosti nástřiku. U Knoopovy zkoušky je tento parametr určit z poměru úhlopříček vtisku.

Abrázivní zkoušky

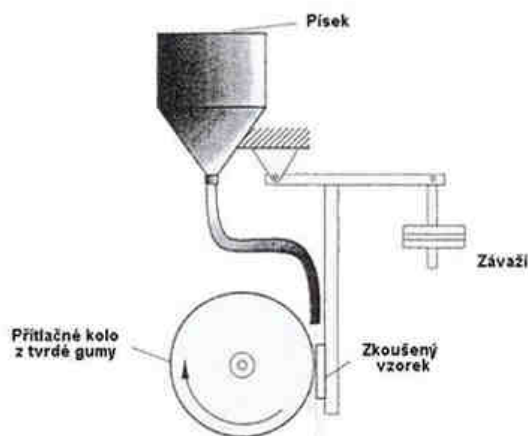
Abrázivní zkoušky jsou významné zejména u otěruvzdorných nástřiků, kde je tato vlastnost základním požadavkem. Jedná se například o nástřiky WC-12Co, WC-17Co [13][14][23].

První metodou je zkouška typu Pin on disc znázorněná na Obr. 2.42. Metoda umožňuje vyhodnocení koeficientu tření, míry i mechanismu opotřebení.



Obr. 2.42 Schéma zkoušky Pin on disc [36]

Druhou metodou je zkouška s přitlačným kolem na Obr. 2.43. Výhodou je použití menšího vzorku ve srovnání s Pin on disc zkouškou. Zkouškou je však vyhodnoceno méně parametrů.



Obr. 2.43 Princip metody Dry Sand/Rubber Wheel test [37]

Měření drsnosti povrchu

Drsnost povrchu je důležitým činitelem zejména pro dynamicky namáhané součásti, které se začínají porušovat zpravidla od povrchu. Větší drsnost nepříznivě působí na únavovou pevnost součástí, a popřípadě i na jejich odolnost proti otěru.

K hodnocení drsnosti se používají různé parametry. Nejpoužívanější je hodnota R_a , která se předepisuje na výkresech v případě výroby a je to *střední aritmetická odchylka* tedy střední hodnota vzdáleností bodů zjištěného profilu od jeho střední čáry (střední hodnota nejvyšších a nejnižších bodů). Pro praktické použití slouží porovnávací měřky pro různé způsoby obrábění, broušení, frézování, soustružení, hoblování atd. Jejich použití však vyžaduje zkušeného pracovníka a je velmi subjektivní.

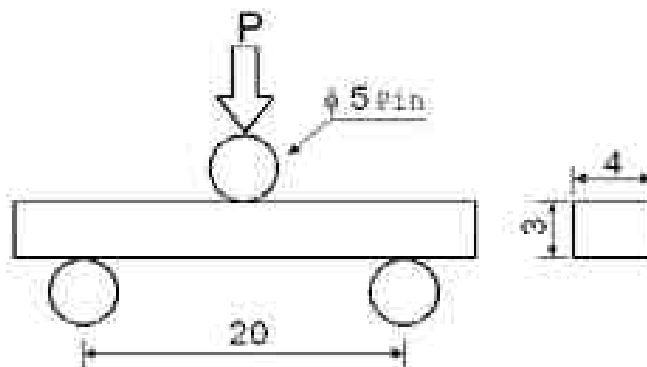
2.3.3. Měření na oddělených zkušebních tělesech

V případě, že chceme měřit vlastnosti samotného nástřiku, je nutné jej oddělit od substrátu. Toto oddělení je možno provést například odřezáním metalografickou pilou, chemicky. Nejvýhodnějším řešením je elektrojiskrové řezání. Při tomto způsobu je provedený řez velmi tenký a též ovlivnění vzorku je menší.

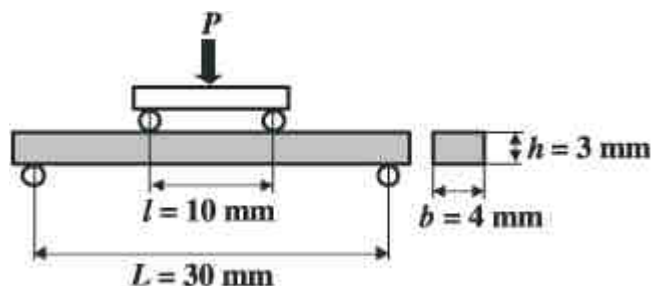
Vzhledem k relativně malé tloušťce nanesených povlaků není obvykle možné připravit zkušební tělesa dle normy pro běžné zkoušky. Je tedy nutné využití zkoušek na tělesech menších rozměrů.

Třibodový/čtyřbodový ohyb

Ohybová zkouška umožňuje stanovit deformační a napětíové charakteristiky. Tělesa pro 3-bodový ohyb jsou díky menšímu rozpětí podpor také menší (Obr. 2.44, Obr. 2.45). Z tohoto důvodu bude v práci využita zkouška 3-bodovým ohybem.



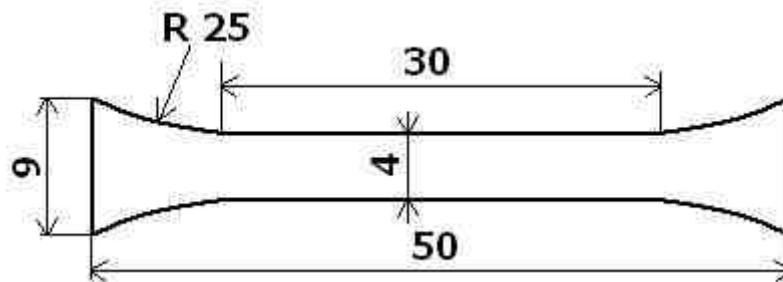
Obr. 2.44 Schéma zkoušky trojbodovým ohybem [38]



Obr. 2.45 Schéma zkoušky 4bodovým ohybem [38]

Tahová zkouška na modifikovaných tělesech

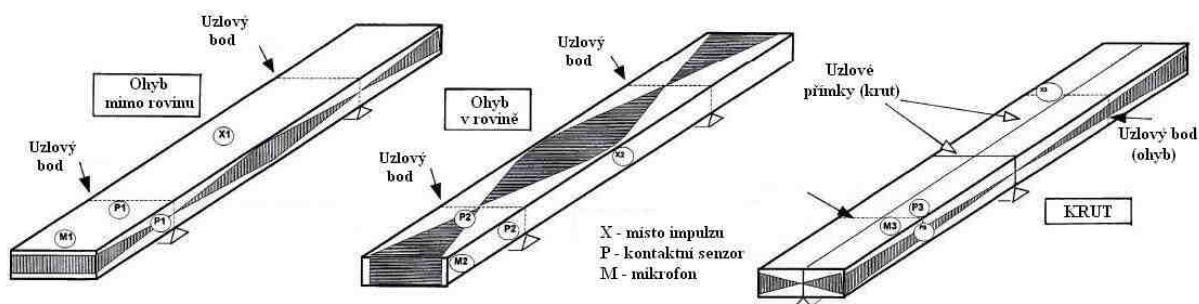
Těleso je zmenšeninou tělesa pro běžnou tahovou zkoušku. Pro vzorky zhotovované z nástřiků však může být i takto zmenšené těleso příliš silné. Používají se proto plochá tělesa (Obr. 2.46). Tloušťku tohoto tělesa je možno vhodně zvolit.



Obr. 2.46 Schéma miniaturizovaného plochého tělesa pro zkoušku tahem

Rezonanční měření modulu E

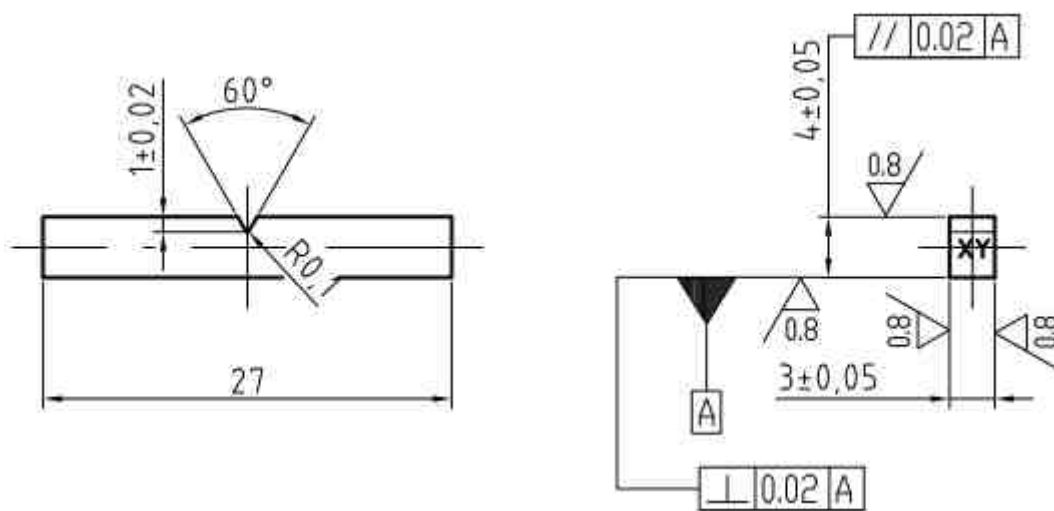
Metoda využívá měření vlastní frekvence kmitů tělesa vhodného tvaru umístěného na podporách (Obr. 2.47). Kmitání tělesa je vybuzeo jedním úderem. Vibrace tělesa jsou snímány mikrofonom a převedeny na elektrické signály. Vlastní frekvence je oddělena a analyzována. Na základě frekvence vlastních kmitů, rozměrů a hmotnosti vzorku je pak možno vypočíst dynamický modul pružnosti, modul ve stříhu a Poissonovo číslo. [40]



Obr. 2.47 Schéma kmitů v tělese při vybuzení úderem [40]

Zkouška rázem v ohybu na modifikovaných tělesech

Těleso je zmenšenou verzí zkušebních trámečků pro zkoušku rázem v ohybu (Obr. 2.48).



Obr. 2.48 Výkres tělesa pro zkoušku rázem v ohybu [41]

3. Experimentální část

3.1. Použité prášky

Pro experimentální nanášení nástřiků byly pořízeny běžné prášky používané v průmyslu. Prášky tedy nedosahují extrémní čistoty či úzkého rozptylu velikosti částic. Dobře však reprezentují materiály, které budou v případě zavedení technologie do výrobního procesu využívány. Velikost částic prášků byla volena s ohledem na požadavek provedení nástřiku technologií HVOF i cold spray.

Prášky byly zkoumány pomocí optického, elektronového mikroskopu. Vzorky pro pozorování byly připraveny zamícháním prášku do dvousložkového lepidla EPOXY 1200. Vzhledem k hladkému povrchu bylo broušení zahájeno brusným papírem zrnitosti 1000.

Připravené vzorky byly nerovné, při pozorování pomocí běžného optického mikroskopu nebylo možné dosáhnout ostrého zobrazení celé částice. Byl proto využit SEM.

Také bylo provedeno ověření rozložení zrnitosti prášků technologií měření rozptylu laserových paprsků na přístroji FRITCH v pojízdné demonstrační laboratoři.

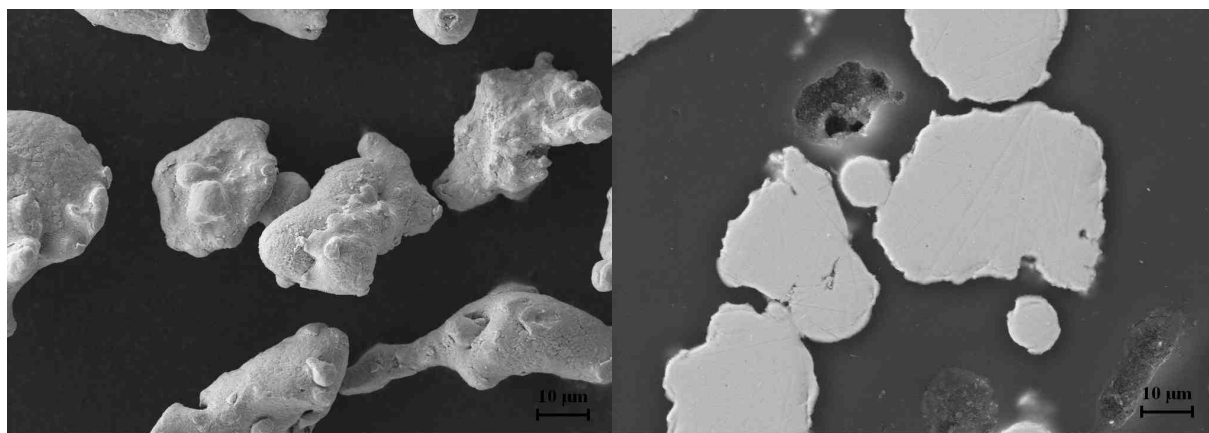
3.1.1. Železo

Základní informace o materiálu

Železo (chemická značka **Fe**, latinsky *Ferrum*) je nejrozšířenější přechodný kovový prvek a druhý nejrozšířenější kov na Zemi, je také hojně zastoupen i ve vesmíru. Lidstvu je znám již od pravěku. V přírodě se minerály železa vyskytují velmi hojně a železo se z nich získává redukcí ve vysoké peci. Železo má všestranné využití při výrobě slitin a pro výrobu většiny základních technických prostředků používaných člověkem. [42]-[45]

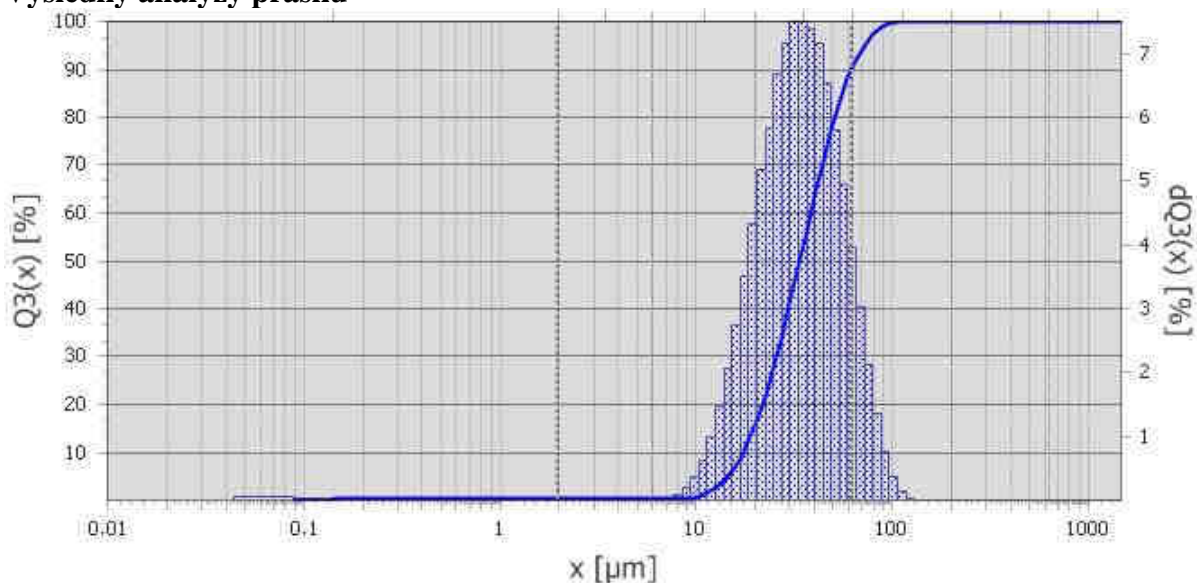
Tab. 4 Fyzikální a mechanické vlastnosti materiálu

Mechanické vlastnosti	
Hustota	7870 kg/m ³
Modul E	193.053 GPa
Mez pevnosti	350 MPa
Tvrдость	62 HV
Poissonovo číslo	0.29
Tepelné vlastnosti	
Teplota tání	1811.15 K
Teplota varu	3134.15 K
Kritická teplota	8500 K
Tepelná kapacita	449 J/kg·K



Obr. 3.1 Morfologie a průřez použitého železného prášku

Výsledky analýzy prášku



Obr. 3.2 Grafické znázornění rozložení zrnitosti použitého Fe prášku

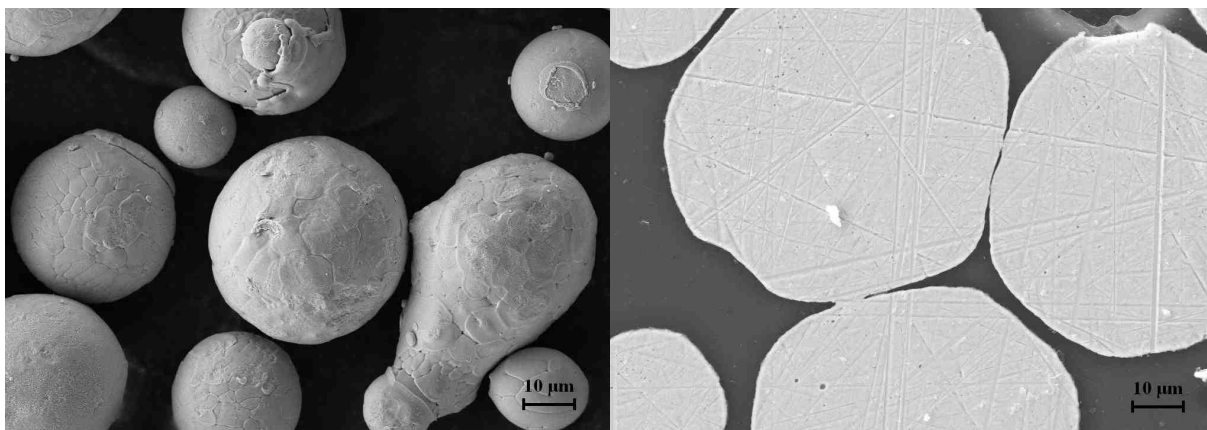
3.1.2. Nikl

Základní informace o materiálu

Nikl, chemická značka **Ni** (*lat. Niccolum*) je bílý, feromagnetický, kujný a tažný kov. Slouží jako součást různých slitin a k povrchové ochraně jiných kovů před korozí. Vzhledem k jeho toxicitě je jeho praktické využití postupně omezováno. [42]-[45]

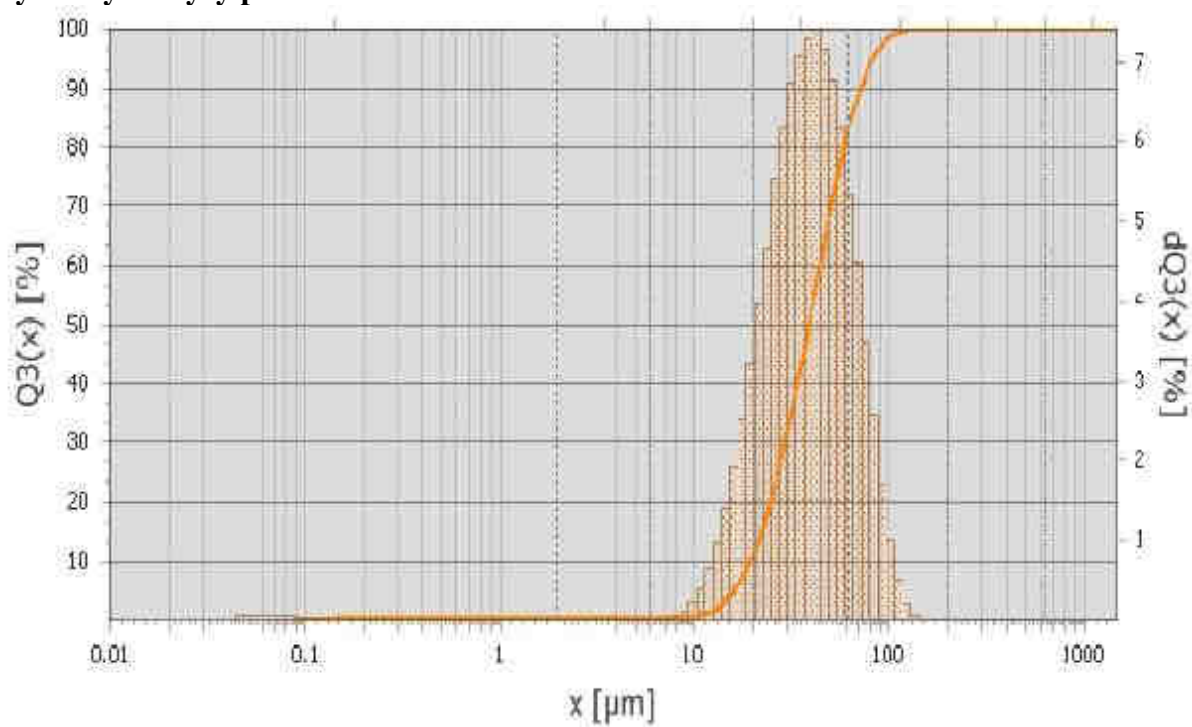
Tab. 5 Fyzikální a mechanické vlastnosti materiálu

Mechanické vlastnosti	
Hustota	8900 kg/m ³
Modul E	206.843 GPa
Poissonovo číslo	0.31
Mez pevnosti	140 - 195 MPa
Tvrdost	65 HV
Tepelné vlastnosti	
Teplota tání	1728.15 K
Teplota varu	3186.15 K
Kritická teplota	8000 K
Tepelná kapacita	444 J/kg·K



Obr. 3.3 Morfologie a průřez použitého niklového prášku

Výsledky analýzy prášku



Obr. 3.4 Grafické znázornění rozložení zrnitosti použitého Ni prášku

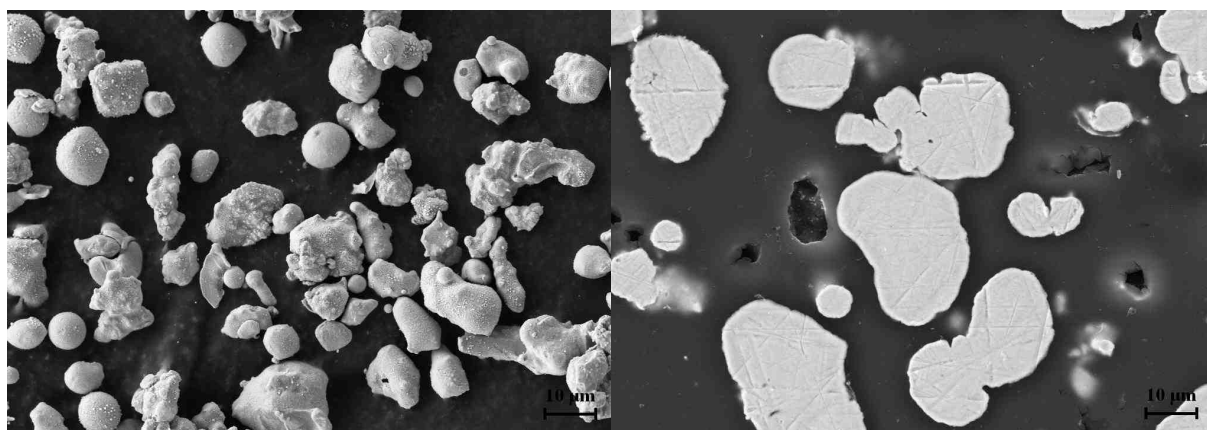
3.1.3. Měď

Základní informace o materiálu

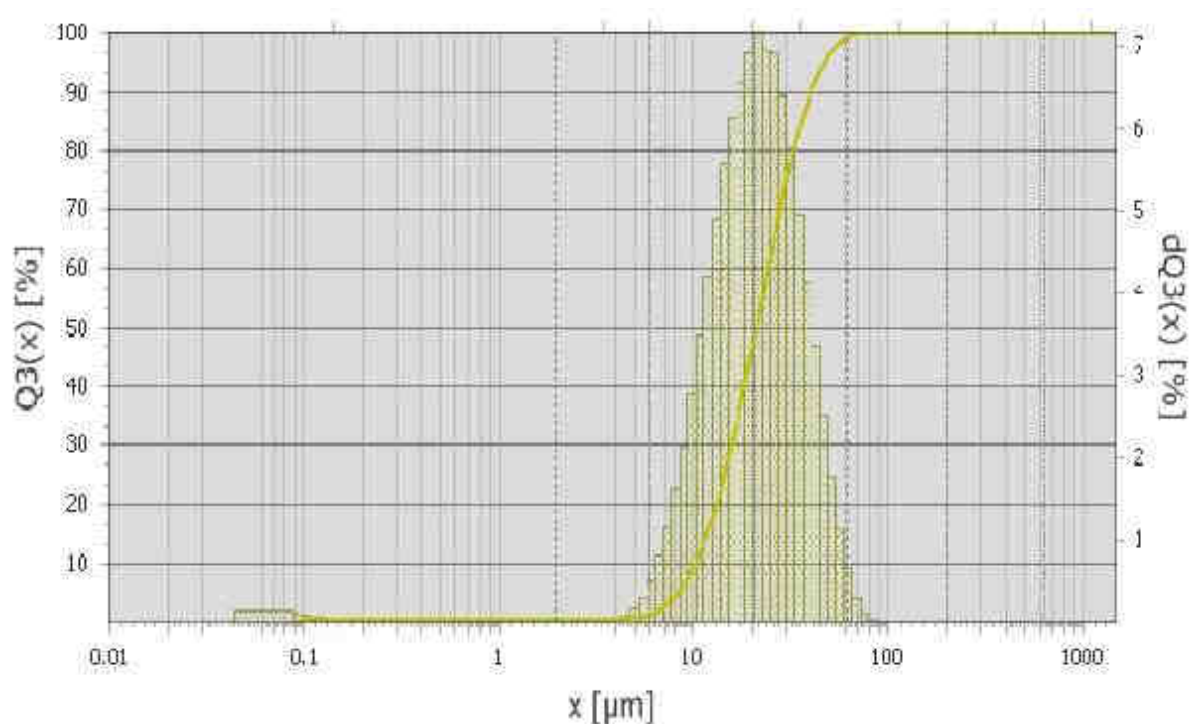
Měď (chemická značka **Cu** latinsky *Cuprum*) je ušlechtilý kovový prvek načervenalé barvy, používaný člověkem již od starověku. Vyznačuje se velmi dobrou tepelnou a elektrickou vodivostí, dobře se mechanicky zpracovává a je odolný proti atmosférické korozi. Je základní součástí řady velmi důležitých slitin a mimořádně důležitý pro elektrotechniku. [42]-[45]

Tab. 6 Fyzikální a mechanické vlastnosti materiálu

Mechanické vlastnosti	
Hustota	8960 kg/m ³
Modul E	110.316 GPa
Mez pevnosti	210 MPa
Tvrдость	38 HV
Tepelné vlastnosti	
Teplota tání	1357.77 K
Teplota varu	2835.15 K
Kritická teplota	8280 K
Tepelná kapacita	385 J/kg·K



Obr. 3.5 Morfologie a průřez použitého měděného prášku



Obr. 3.6 Grafické znázornění rozložení zrnitosti použitého Cu prášku

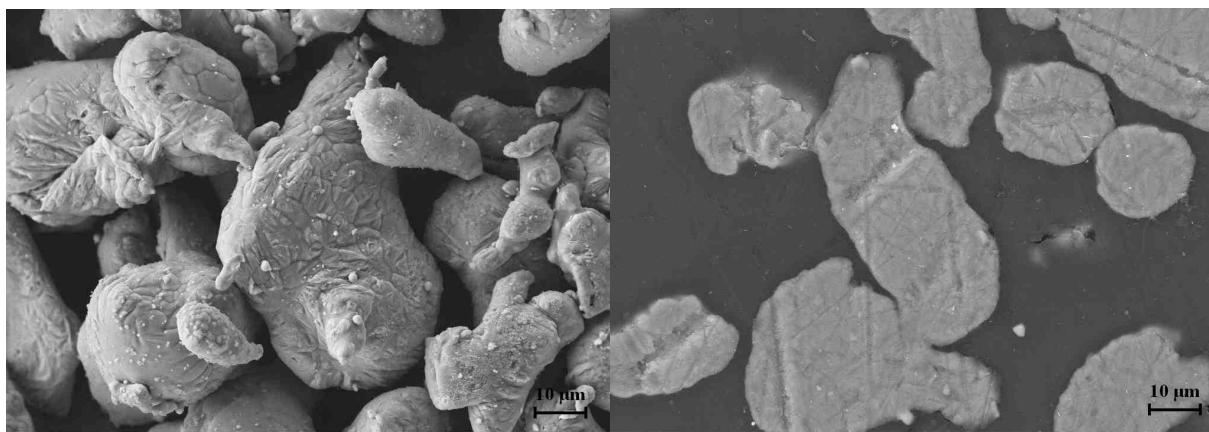
3.1.4. Hliník

Základní informace o materiálu

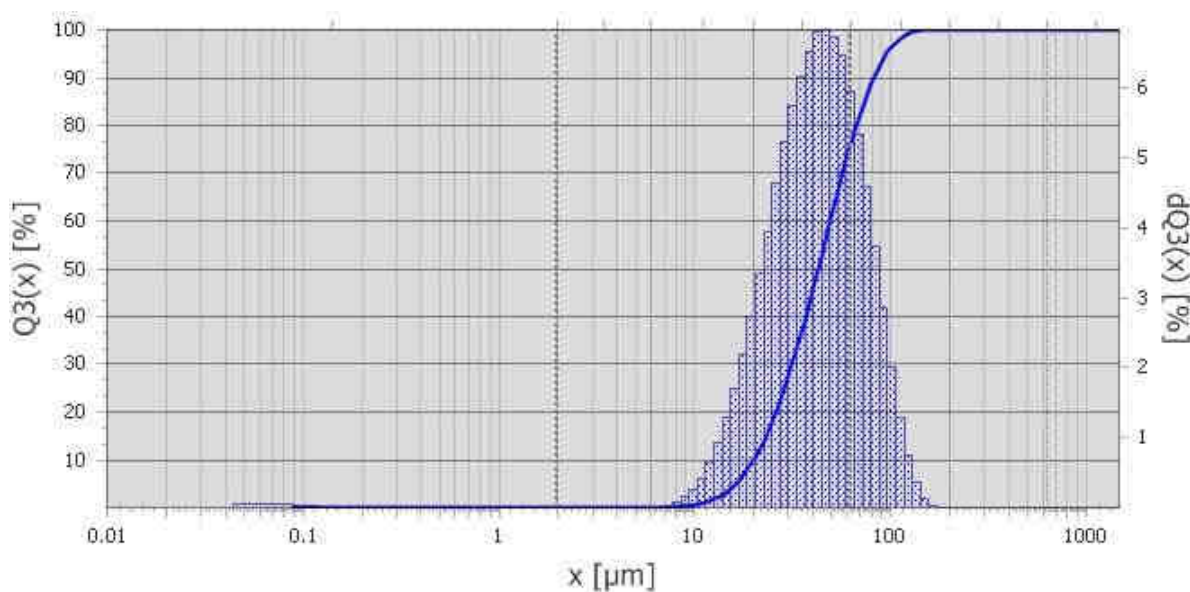
Hliník (chemická značka **Al**, latinsky *Aluminium*), je velmi lehký kov bělavě šedé barvy, velmi dobrý vodič elektrického proudu, široce používaný v elektrotechnice a ve formě slitin v leteckém průmyslu a mnoha dalších aplikacích. [42]-[45]

Tab. 7 Fyzikální a mechanické vlastnosti materiálu

Mechanické vlastnosti	
Hustota	2700 kg/m ³
Modul E	62.053 GPa
Poissonovo číslo	0.35
Mez pevnosti	40 - 50 MPa
Tvrдость	17 HV
Tepelné vlastnosti	
Teplota tání	933.47 K
Teplota varu	2792.15 K
Kritická teplota	7850 K
Tepelná kapacita	897 J/kg·K



Obr. 3.7 Morfologie a průřez použitého hliníkového prášku



Obr. 3.8 Grafické znázornění rozložení zrnitosti použitého Al prášku

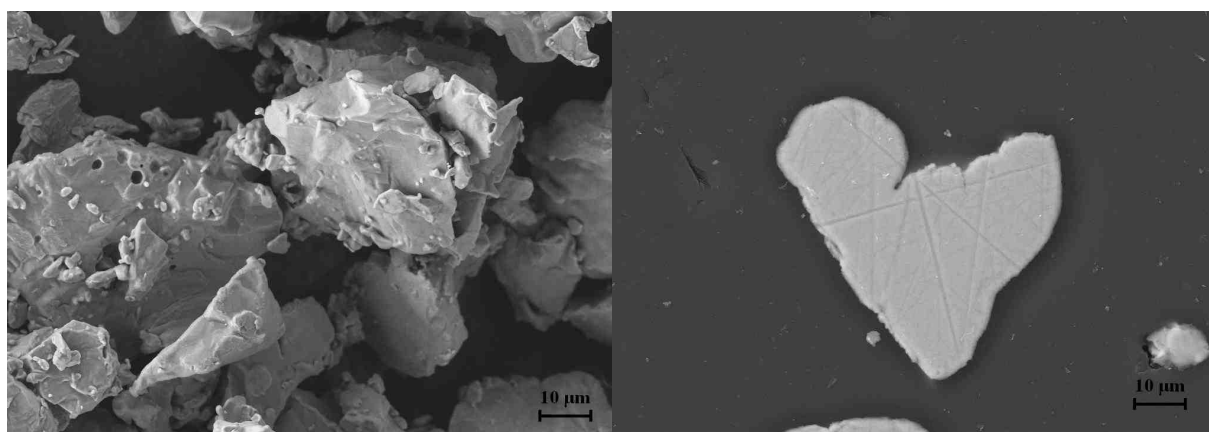
3.1.5. Titan

Základní informace o materiálu

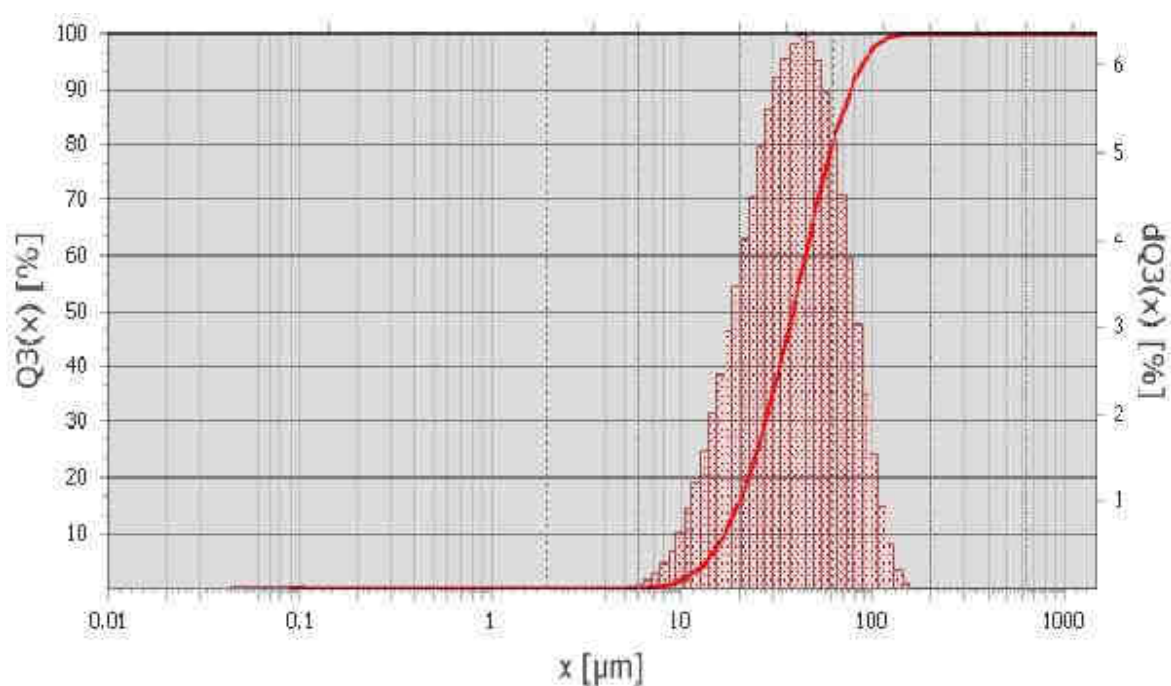
Titan, chemická značka **Ti**, (*lat. Titanium*) je šedý až stříbřitě bílý, lehký kov, poměrně hojně zastoupený v zemské kůře. Je poměrně tvrdý a mimořádně odolný proti korozi i ve slané vodě. Při teplotách pod 0,39 K se stává supravodičem I. typu. Jeho výrazně většímu technologickému uplatnění brání doposud vysoká cena výroby čistého kovu. Hlavní uplatnění nalézá jako složka různých slitin a protikorozních ochranných vrstev, ve formě chemických sloučenin slouží často jako složka barevných pigmentů. [42]-[45]

Tab. 8 Fyzikální a mechanické vlastnosti materiálu

Mechanické vlastnosti	
Hustota	4510 kg/m ³
Modul E	117.211 GPa
Poissonovo číslo	0.32
Mez pevnosti	240 - 370 MPa
Tvrдост	99 HV
Tepelné vlastnosti	
Teplota tání	1941.15 K
Teplota varu	3560.15 K
Kritická teplota	5850 K
Tepelná kapacita	523 J/kg·K



Obr. 3.9 Morfologie a průřez použitého titanového prášku



Obr. 3.10 Grafické znázornění rozložení zrnitosti použitého Ti prášku

3.2. Depozice nástřiků metodami HVOF a cold spray

Nástřiky deponované metodou HVOF byly naneseny na zařízení GTV – Plasma, HVOF MF-P-1000-HVOF-K2 stříkací pistolí Praxair JP-5000 ve společnosti Plasmametal (Brno, Česká republika).

Tab. 9 Parametry HVOF stříkací pistole Praxair JP-5000

JP - 5000		
Rychlosti	Plyn	2194 m/s
	Částice	1000 – 1200 m/s
Prášek	Výkon	9,1 kg/h
Spotřeba (max.)	Kyslík	1086 l/h
	Kerosin	32 l/h
	Dusík	24 l/m

Bylo provedeno nanesení nástřiků Ni a Fe. Nanášení Cu nebylo úspěšné. Vzhledem k podstatě technologie nebylo provedeno nanášení Al a Ti, které by extrémně oxidovaly.

Nástřiky deponované technologií cold spray byly připraveny společností Plasma Giken (Saitama, Japonsko) na stroji PCS-1000.

Tab. 10 Parametry cold spray stroje PCS 1000

PCS-1000		
Pracovní plyn	Max. tlak	~5 MPa
	Maximální teplota	~1000°C
Ohřev plynu	Příkon	70 kW
Podavač prášku	Objem	0.5 l; 2.5 l; 15 l

Jedná se v současnosti o nejvýkonnější typ CS zařízení. Ve srovnání s ostatními zařízeními obdobného typu umožňuje práci při vyšších tlacích i teplotách. Zvýšení teploty vede k úspoře pracovního plynu i usnadnění depozice.

Optimalizované parametry depozičního procesu patří k duševnímu vlastnictví výrobců, na žádost partnerů tedy nejsou v práci uvedeny.

3.3. Příprava a popis měření

3.3.1. Vzhled a makrostruktura vzorků

Fotografie připravených vzorků byly pořízeny fotoaparátem Nikon D3000. Pro dosažení rovnoměrného osvětlení byly použity difuzéry.

3.3.2. Měření drsnosti povrchu

Měření drsnosti bylo provedeno přenosným profilometrem TIME TR-220. Měřeny byly parametry R_a a R_z dle normy ČSN EN ISO 4287 [46] a ČSN EN ISO 4288 [47]. Zvolili jsme měření ve dvou na sebe kolmých směrech vždy po 10 opakováních pro statistické vyhodnocení.

3.3.3. Příprava vzorků pro pozorování světelnou mikroskopií

Vzorky byly odřezány metalografickou pilou Discotom. Přesné dělení bylo dále provedeno na pile Leco VD-50. Zalití bylo provedeno za tepla pomocí pryskyřic GreenFast a ClaroFast při teplotě 180°C po dobu 8 minut. Broušení vzorků bylo provedeno na brusce firmy Struers s využitím papírů i leštících past stejného výrobce. Byly použity brusné papíry zrnitostí 220, 320, 800, 1000, 2400, 4000 a diamantové leštící pasty rozměrů zrna 7, 3, 0,7 µm.

Mikrostruktury nástřiků byly pozorovány ve 3 na sebe kolmých řezech při zvětšeních 50x-1000x.

3.3.4. Příprava pozorování v SEM

Připravené metalografické výbrusy byly pro pozorování SEM pouhličeny. Při pozorování mikrostruktury v SEM jsme použili zobrazení pomocí zpětně odražených elektronů. Ve srovnání s obrazem sekundárních elektronů poskytoval lepší zobrazení hranic splatů i pórů.

3.3.5. Vyhodnocení porosity na SEM snímcích

Určení porosity nástřiků jsme provedli metodami analýzy obrazu. Byl použit volně dostupný program ImageJ. Metodu není možno plně automatizovat, její přesnost je závislá na oku pracovníka. V našem případě se jedná zejména o rozlišení pórů a tmavých oxidických částic. U technologie HVOF byly vybrány snímky při zvětšeních 400x a 600x a jednotlivé výsledky byly statisticky zpracovány.

V případě vzorků připravených technologií cold spray jsme pro dosažení reprezentativního výsledku a možnosti pozorování vývoje porosity v závislosti na vzdálenosti od substrátu analyzovali 5 snímků při zvětšení 500x. Výsledky pak byly statisticky zpracovány.

3.3.6. EDX analýza

Byla provedena EDX analýza. Provedli jsme plošnou analýzu a v případě HVOF i mapping chemického složení. Ačkoliv měření obsahu kyslíku pomocí EDX není ideální metodou, postačuje pro srovnání.

U všech vzorků je v analýze přítomen uhlík, je však vzhledem k přípravě vzorků pouhličením očekávaný a není nutné se jím zabývat.

3.3.7. Měření mikrotvrdosti

Po získání snímků pomocí optického i elektronového mikroskopu byla na výbrusech provedena zkouška mikrotvrdosti metodou dle Vickerse. Vzhledem k malým rozměrům vzorků byla zkouška při zátěžné síle odpovídající 1 kg.

Z hodnot mikrotvrdosti je možno empirickým vztahem odhadnout hodnotu pevnosti v tahu. V našem případě bude pevnost v tahu stanovována na zmenšených zkušebních tělesech. Potvrzení přesnosti empirického vztahu i pro nástřiky by mohlo umožnit alespoň orientační zjišťování meze kluzu a pevnosti. Výsledný vztah je silně závislý na použitém souboru materiálů.

Pro oceli je v normě ČSN EN ISO 18 265 [48] uvedena převodní tabulka pro převod HV na R_m . Pro železný HVOF nástřik tedy využijeme této tabulky.

Pro ostatní materiály norma převod neuvádí. Pro hrubý odhad použijeme empirický vztah pro měď odvozený v [49].

$$R_m = 3,353 \cdot HV$$

$$R_e = 2,874 \cdot HV$$

Je však nutno mít na paměti, že empirický vztah mezi R_m (R_e) a HV je nespolehlivý. V naší práci proto bude R_m i R_e dále určováno přesnějšími metodami.

3.3.8. Řezání zkušebních těles

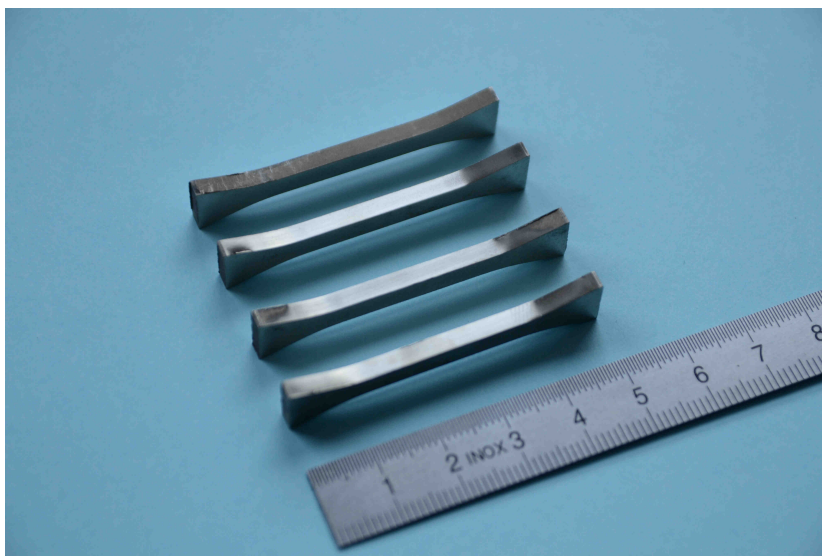
Vzhledem k tloušťce HVOF nástřiku cca 4mm bylo možno klást vzorky pouze v jedné vrstvě. Nejdříve byl povrch vzorku vybroušen do plochy. Tato plocha pak byla využita jako základní pro řezání vzorku.

Nástřiky připravené technologií cold spray dosahovaly tloušťky cca. 10 mm. Bylo tedy možné klást vzorky na sebe. Z důvodu zvýšené porosity v okrajových částech vzorku byla omezena oblast pro odběr zkušebních těles na centrální část vzorku. Na Obr. 3.11 je okrajová část považovaná za nereprezentativní značena červeně, střed vzorku vhodný pro odběr zkušebních těles je značen zeleně. Na obrázku je také vyznačen postup značení vzorků.



Obr. 3.11 Náčrt bezpečné oblasti (zeleně) pro odběr zkušebních těles z nástřiku technologií cold spray

Byly připraveny 2 druhy zkušebních těles: plochá tahová tělesa tloušťky 3 mm (Obr. 3.12) a tělesa pro ohybovou zkoušku. Protože se vnější rozměry tělesa pro zkoušku ohybem shodují s rozměry tělesa pro miniaturizovanou zkoušku rázem v ohybu je možno vytvořením vrubu snadno vytvořit další druh těles.



Obr. 3.12 Zmenšená plochá tělesa pro zkoušku tahem, neobroušené těleso nahoře

3.3.9. Příprava zkušebních těles pro testování

Z ploch, které byly obráběny elektrojiskrovým obráběním byly brusnými papíry zrnitosti 2400 a 4000 odstraněny pozůstatky řezání. Rozdíl mezi plochou po řezání a broušení je patrný na Obr. 3.12.

3.3.10. Rezonanční měření modulu pružnosti

Měření bylo provedeno na přístroji Grindosonic MK5i. Princip metody je popsán v kapitole 2.3.3. V našem případě byla jako vzorky použita tělesa rozměrů 30x4x3 mm, což odpovídá rozměrům tělesa pro miniaturizovanou zkoušku rázem v ohybu. Pro dosažení reprezentativních výsledků bylo na každém tělese provedeno 10 zkušebních úderů ocelovou kuličkou na plastové tyčince. Získané frekvence byly zprůměrovány a následně určen modul pružnosti. Testované vzorky byly v případě CS nástřiků získány z několika vrstev nástřiku, zaznamenávali jsme tedy oblast odběru vzorku pro vyhodnocení možné závislosti modulu pružnosti na oblasti odběru vzorku.

3.3.11. Tahová zkouška

Tahová zkouška byla provedena na zmenšených plochých tělesech. Rozměry zkušebních těles jsou popsány v kapitole 2.3.3. Byl použit trhací stroj Zwick/Roell Z050 s upínacími přípravky pro plochá tělesa. Zkoušky byly provedeny při rychlosti zatěžování 100 $\mu\text{m}/\text{min}$. Pro snímání prodloužení byl na zkušební těleso přiložen extenzometr.

3.3.12. Ohybová zkouška

Zkouška 3-bodovým ohybem byla provedena na tělesech popsáných v kapitole 2.3.3. Byl použit trhací stroj Zwick/Roell Z050 s přípravky pro zkoušku ohybem. Zkoušky byly provedeny při rychlosti zatěžování 100 $\mu\text{m}/\text{min}$. Rozpětí podpor bylo 20mm.

4. Výsledky

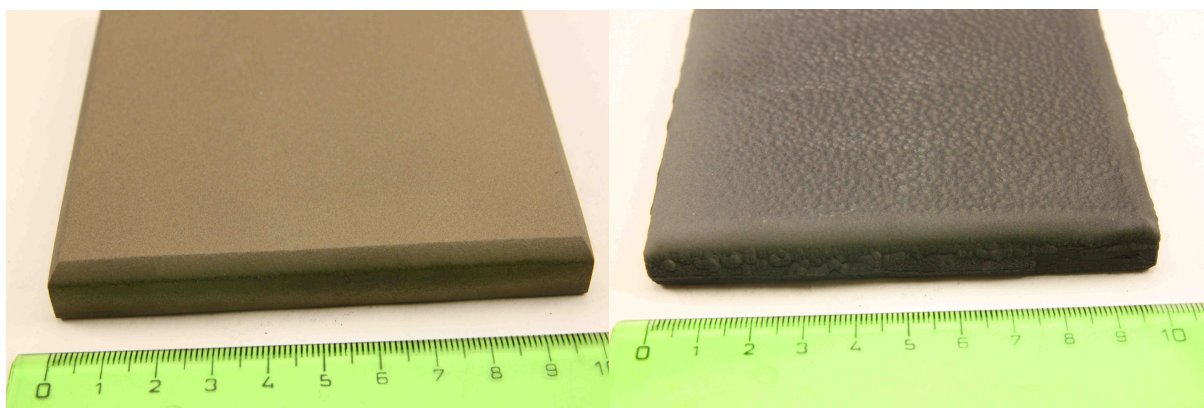
4.1. Vzhled a makrostruktura připravených vzorků

4.1.1. HVOF nástřiky

Vzorky nástřiků technologií HVOF byly připraveny na ocelovém plechu o rozměrech 100x100 mm. Tloušťka nástřiku byla cca 4 mm.

Nanášení niklu metodou HVOF je již ve firmě Plasmametal velmi dobře optimalizováno, z důvodu nanášení niklu jako korozní ochrany. Jak je patrné z Obr. 4.1 kvalita povrchu nástřiku byla velmi vysoká. V případě požadavků na vyšší kvalitu povrchu je možno připravený nástřik dále obrábět běžnými metodami a dosáhnout i drsností $R_a 0,2 \mu\text{m}$.

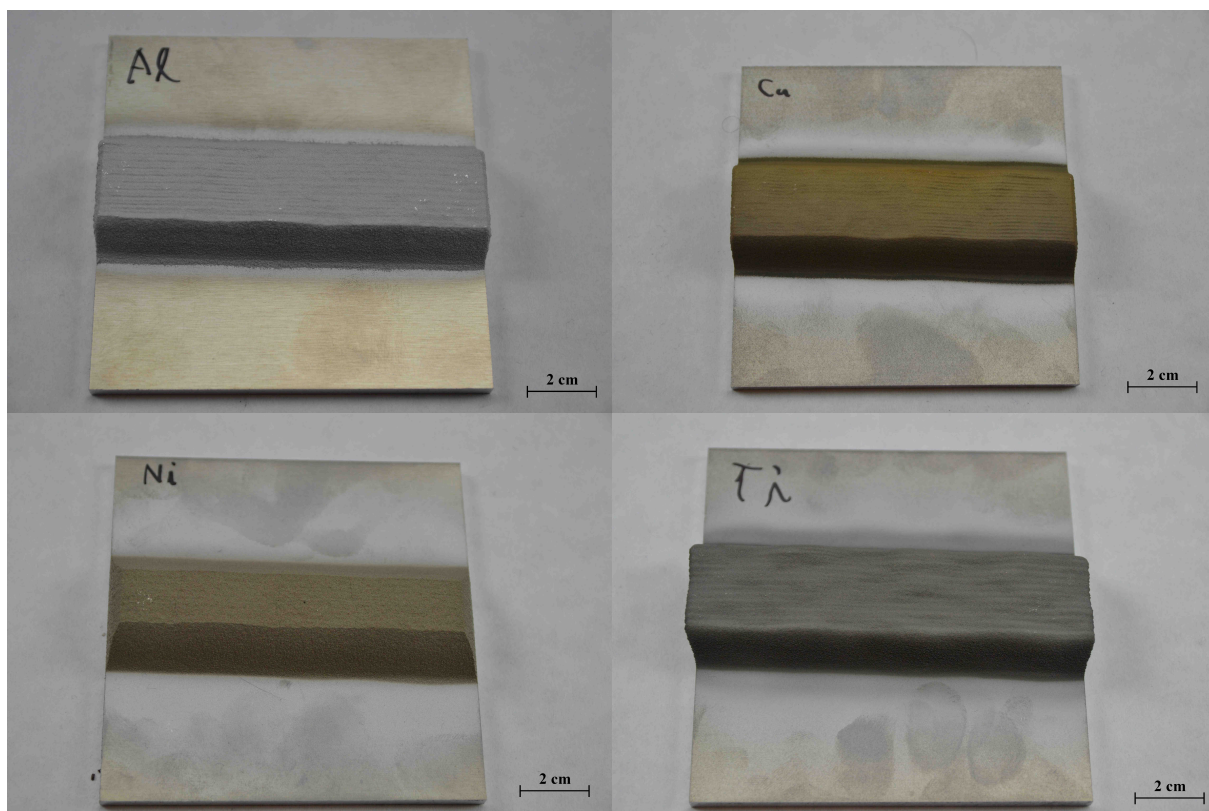
Nanášení čistého železa není technicky významné, proto postup jeho nanášení není ve firmě optimalizován. Na vzorku se to projevilo zvlněním povrchu viditelným na Obr. 4.1. Jak je zřejmé z příkladu niklu, optimalizací parametrů by bylo možno dosáhnout kvalitnějšího povrchu. Splnění vyšších požadavků na kvalitu povrchu by bylo možné též obrobením povrchu.



Obr. 4.1 Detail povrchu niklového (vlevo) a železného (vpravo) nástřiku připraveného metodou HVOF

4.1.2. Cold spray nástřiky

Nástřiky technologií cold spray byly připraveny na hliníkovém plechu rozměru 100x100 mm (Obr. 4.2). Bylo dosaženo tloušťky nástřiků přibližně 10 mm. V případě železa byla nanесena vrstva silná pouze 200 μm , vzorek tak nebyl vhodný pro další zkoumání. Vytvořené nástřiky vykazovaly velkou vlnitost. Ve výrobě by však bylo stejně jako u HVOF nástřiku možno využít běžné obrábění pro dosažení kvalitního povrchu.



Obr. 4.2 Vzorky připravené technologií cold spray

4.2. Měření drsnosti povrchu

Na vzorcích bylo provedeno měření drsnosti postupem popsáním v kapitole 3.3.2.

Měření se podařilo provést pouze u niklového vzorku připraveného technologií HVOF. Výsledky měření na niklovém vzorku jsou shrnuty v Tab. 11. Ostatní vzorky vykazovaly vlnitost patrnou pouhým okem, měření tak nebylo možno provést.

Tab. 11 Drsnost povrchu niklového HVOF nástřiku

	Směr 1	Směr 2
R_a	$7,629 \pm 1,167$	$8,311 \pm 0,615$
R_z	$39,701 \pm 5,176$	$41,925 \pm 3,909$

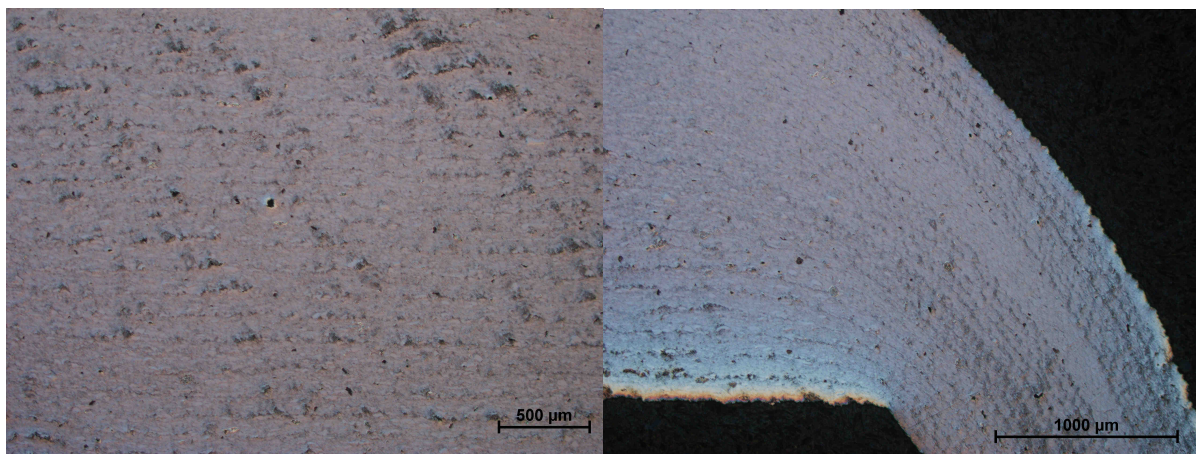
4.3. Mikrostruktura pozorovaná ve světelném mikroskopu

Pozorované metalografické výbrusy byly připraveny postupem popsáním v kapitole 3.3.3.

4.3.1. HVOF nástřiky

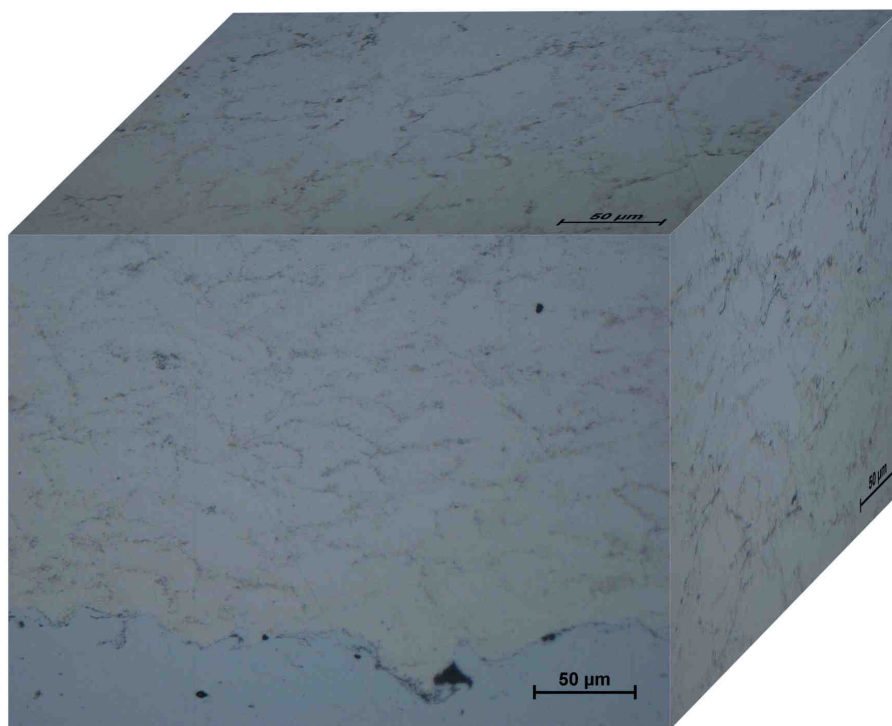
Niklový nástřik byl velmi homogenní a jednotlivé fáze bylo možno rozlišit až při vyšších hodnotách zvětšení.

Při pozorování železného nástřiku v OM za nízkého zvětšení se struktura jevila silně nehomogenní s velkým množstvím oxidů (Obr. 4.3). Bylo možno pozorovat i vrstevnatost nástřiku, která obzvláště vynikla na okrajích vzorku zachycených na Obr. 4.3.

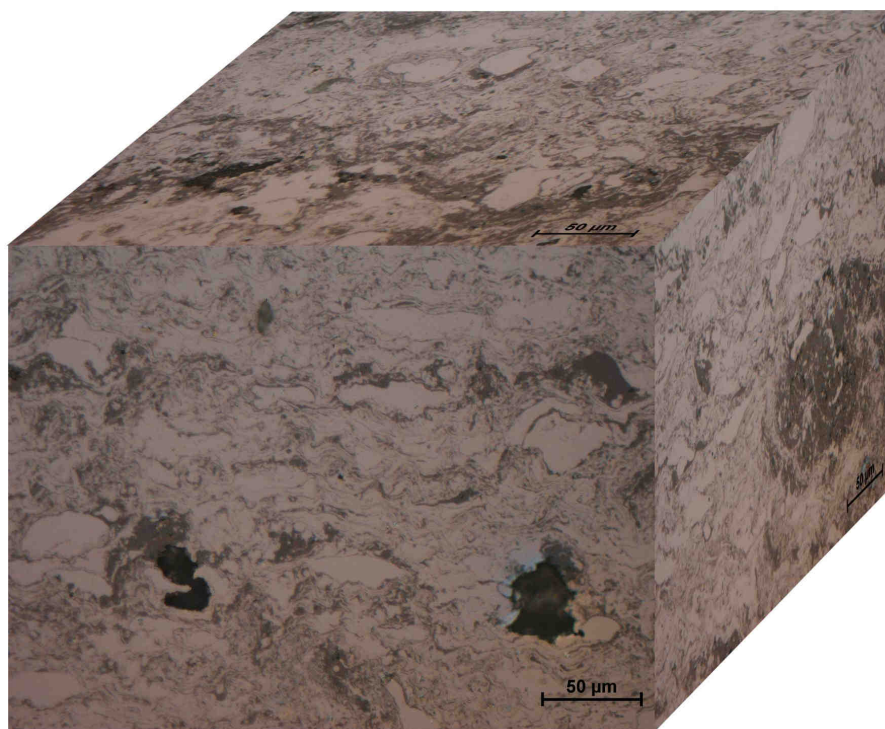


Obr. 4.3 Struktura Fe nástřiku metodou HVOF v řezu kolmém na povrch

Obr. 4.4 a Obr. 4.5 ukazují srovnání struktury nástřiku niklu a železa provedeného metodou HVOF při vyšším zvětšení.



Obr. 4.4 Struktura niklového HVOF nástřiku



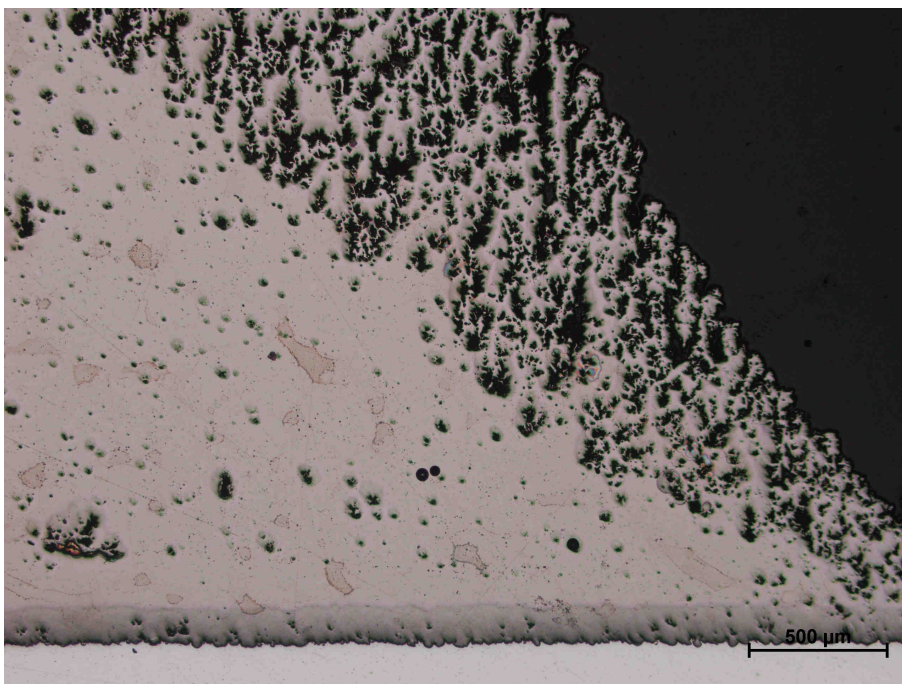
Obr. 4.5 Struktura železného HVOF nástřiku

Železo vykazuje ve srovnání s niklem velmi významný obsah oxidů v nástřiku i porositu. Niklový nástřik je naopak velmi kompaktní bez významné porosity. I při zvětšení 500x se jeho struktura jeví poměrně homogenní. Tmavší oblasti na snímcích jsou tvořeny oxidy. Díky různé orientaci snímků vzhledem k povrchu (a tím i směru stříkání) lze odhadovat tvar splatů vznikajících dopadem natavených částic.

Ačkoliv byly oba materiály naneseny na shodném zařízení je z pozorování jejich makro i mikrostruktury patrný významný vliv optimalizace nanášecích podmínek.

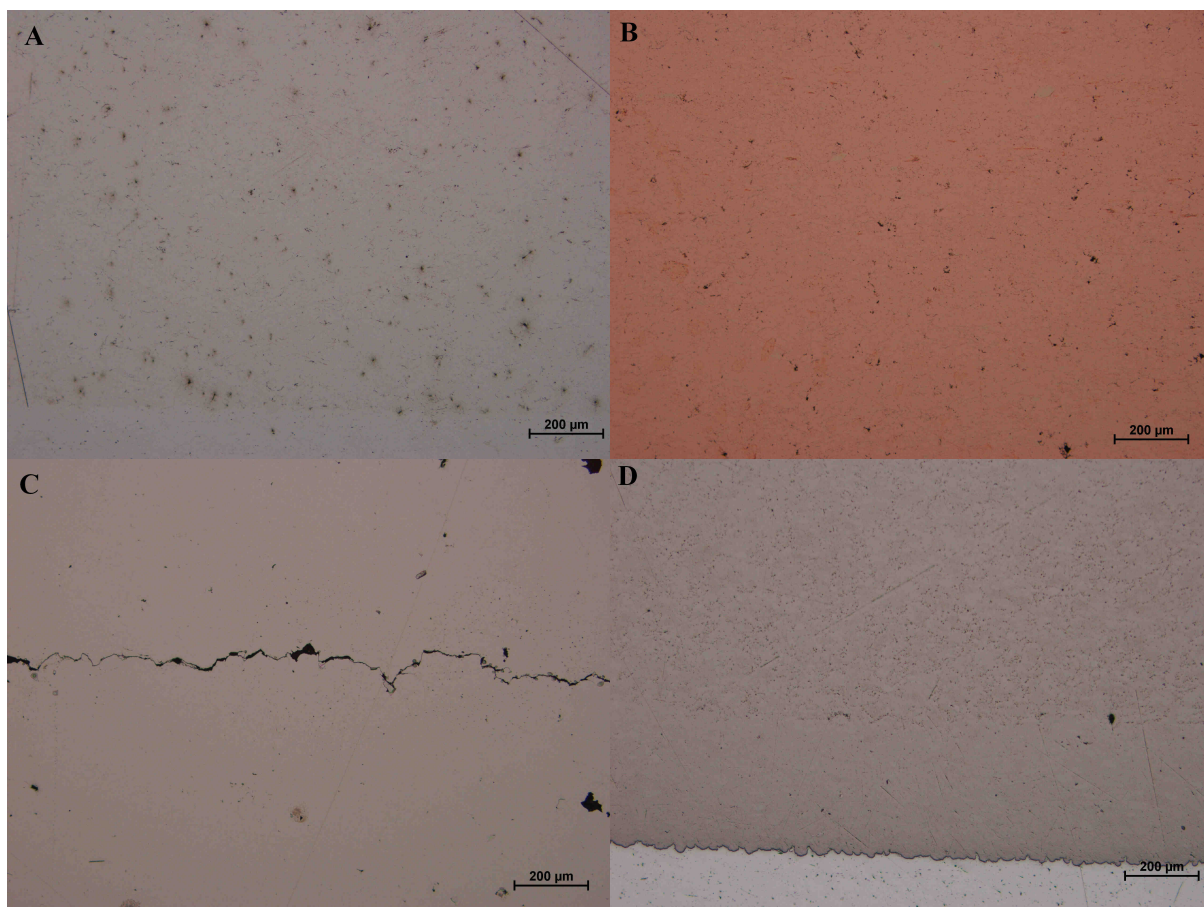
4.3.2. Cold spray nástřiky

První vzorky byly vyřezány z okrajové části vzorku a vykazovaly neočekávaně vysokou porositu. Ovlivnění okrajové oblasti je zachyceno na Obr. 4.6. Byly proto připraveny další vzorky pro zjištění rozsahu takto ovlivněné oblasti.



Obr. 4.6 Charakter ovlivnění okrajové oblasti titanového vzorku

Vzorky umístění blíže podélné ose vzorku již vykazovaly očekávané vlastnosti. Tyto vzorky jsou zobrazeny na Obr. 4.7.



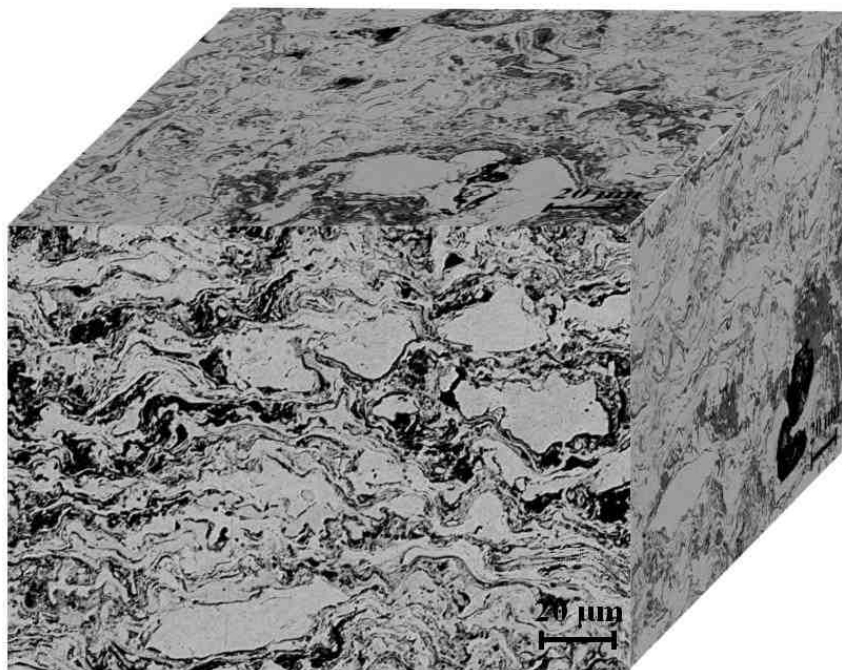
Obr. 4.7 Mikrostruktura vzorku v jádru A) Al, B) Cu, C) Ni, D) Ti

4.4. Mikrostruktura pozorovaná v SEM

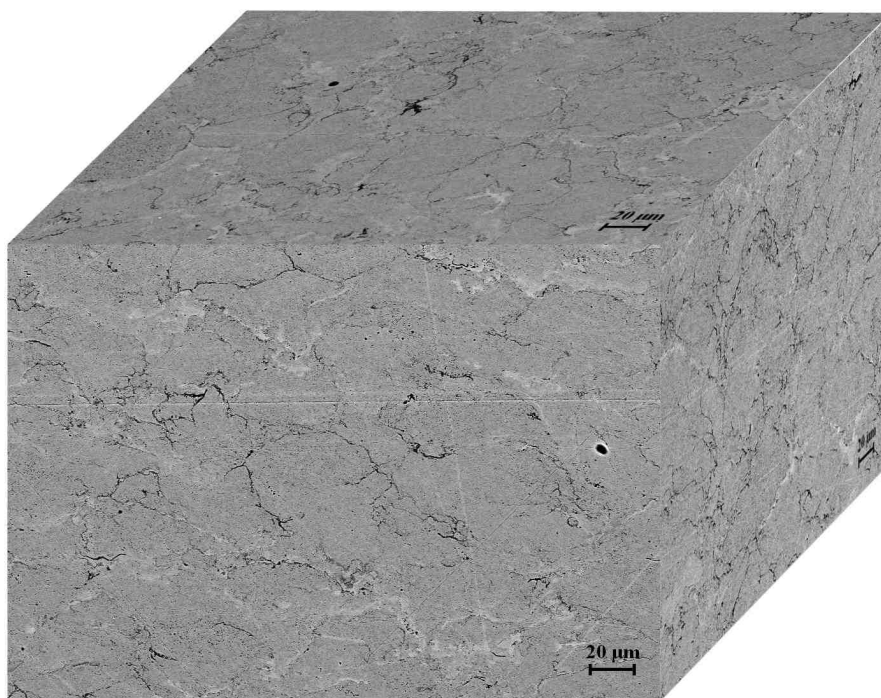
Pozorované vzorky byly připraveny postupem uvedeným v kapitole 3.3.4.

4.4.1. HVOF nástřiky

Na snímcích SEM je viditelná výrazná oxidace částic železného nástřiku (Obr. 4.8). Niklový nástřik je naopak na pohled velmi kompaktní s minimální oxidací (Obr. 4.9). Oxidy se vyskytují pouze po hranicích splatek, které představují zoxidovaný povrch letící částice.



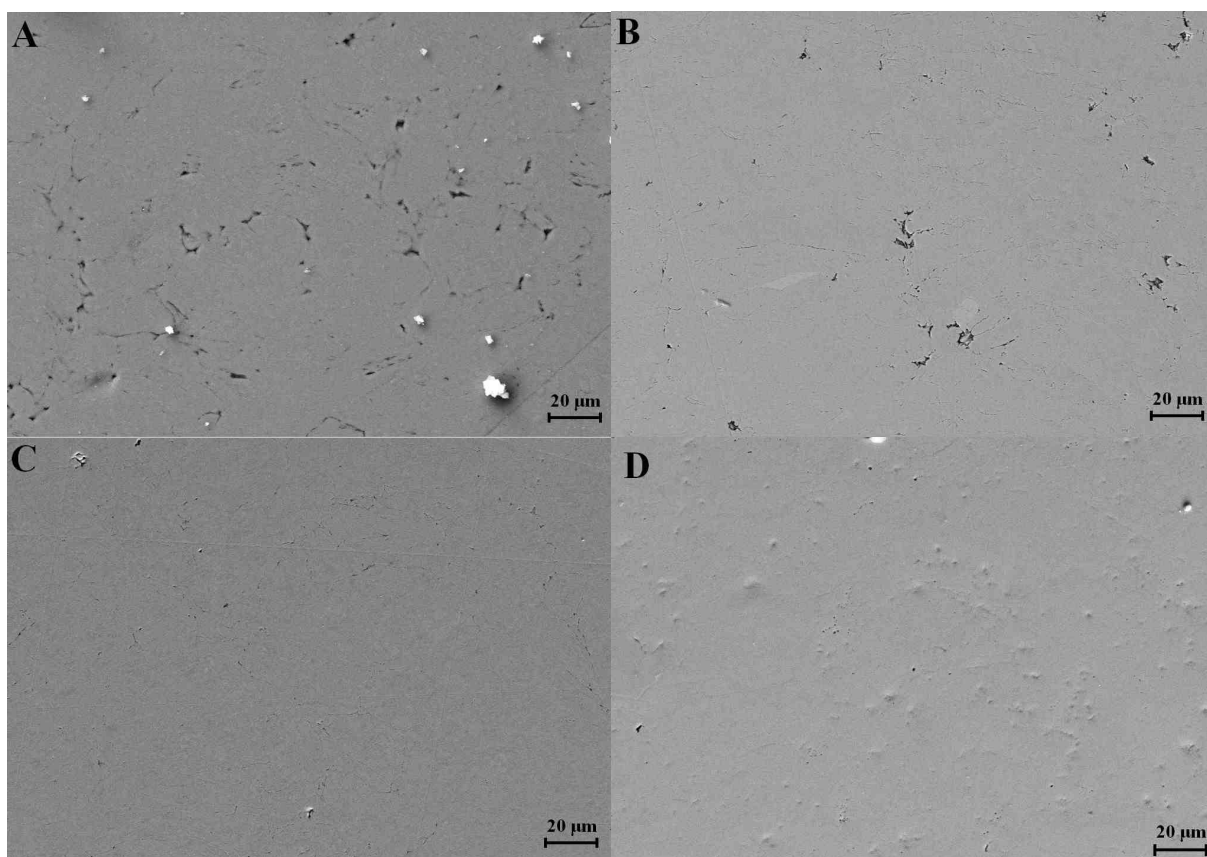
Obr. 4.8 Mikrostruktura železného HVOF nástřiku



Obr. 4.9 Mikrostruktura niklového HVOF nástřiku

4.4.2. Cold spray nástřiky

Všechny nástřiky byly i při vysokých zvětšeních na pohled velmi kompaktní, s minimálním podílem oxidů (Obr. 4.10). Pouze okrajové části nástřiků vykazovaly vysokou porositu zjištěnou již při pozorování světelným mikroskopem, viz. Obr. 4.6.



Obr. 4.10 Mikrostruktura cold spray vzorků pozorovaných v SEM, A) Al, B) Cu, C) Ni, D) Ti

4.5. Vyhodnocení porosity na SEM snímcích

Vyhodnocení porosity bylo provedeno metodou popsanou v kapitole 3.3.5 při dvou různých zvětšeních.

Výsledky měření na HVOF vzorcích jsou shrnuty v Tab. 12. V případě železného vzorku byly snímky značené 1 značně podexponované a jejich zařazení by zkreslovalo výsledky. Snímky byly proto vyřazeny ze statistického zpracování.

Tab. 12 Vyhodnocení porosity nástřiků připravených technologií HVOF

	Fe	Ni
Snímek	Porosita [%]	Porosita [%]
400x - 1	----	1,73
400x - 2	2,76	3,70
400x - 3	5,67	1,79
600x - 1	----	2,17
600x - 2	3,95	4,69
600x - 3	1,29	2,08
Průměr	3,42	2,69
Sm. odchylka	1,85	1,22

Porosita obou nástřiků se pohybuje v očekávaném rozmezí pro technologii HVOF.

Výsledky měření na vzorcích připravených technologií cold spray jsou shrnuty v Tab. 13. Snímek značený 5 zobrazuje materiál nástřiku nejbližší rozhraní substrát/nástřik, snímek 1 zobrazuje materiál nástřiku nejbližší volnému povrchu.

Tab. 13 Vyhodnocení porosity nástřiků připravených technologií cold spray

Měření	Al	Cu	Ni	Ti
	Porosita [%]	Porosita [%]	Porosita [%]	Porosita [%]
1	0,45	0,91	0,58	0,30
2	0,72	2,17	0,40	0,40
3	1,42	0,57	0,30	0,18
4	1,40	0,93	0,34	0,15
5	0,22	0,75	0,17	0,26
Průměr	0,84	1,06	0,36	0,26
Sm. odchylka	0,54	0,63	0,15	0,10

Výsledky získané obrazovou analýzou potvrzují velmi nízkou porositu nástřiku. Pouze v případě měděného nástřiku byla průměrná porosita vyšší než 1%. Vzdálenost snímku od rozhraní substrát/nástřik nemělo na vývoj porosity vliv.

Pro ověření výsledků získaných obrazovou analýzou jsme provedli měření hustoty archimédovským vážením, tyto hodnoty pak byly srovnány s tabulkovými. Byla určena relativní hustota vzorků (Tab. 14).

Tab. 14 Relativní hustoty vzorků nástřiků

	Al, rel. ρ [%]	Cu, rel. ρ [%]	Fe, rel. ρ [%]	Ni, rel. ρ [%]	Ti, rel. ρ [%]
HVOF	---	---	84,96	96,92	---
Cold spray	96,46	97,59	---	94,17	94,97

Vzorky vykazují poměrně nízkou relativní hustotu. Překvapivé je zejména srovnání relativní hustoty HVOF a CS nanášeného niklu. HVOF nanášený nikl vykazuje vyšší relativní hustotu. Tyto výsledky se rozcházejí s výsledky získanými obrazovou analýzou. Vzhledem k malým rozměrům zkušebních těles jsou zde významné i malé chyby měření. Další možností, která mohla snížit relativní hustotu vzorků je obsah příměsí a oxidů, jejichž hustota je nižší než hustota čistého kovu. Pokles relativní hustoty tak nemusí být způsoben pouze porositou.

4.6. EDX analýza

Při pozorování v SEM byly provedeny i EDX analýzy popsané v kapitole 3.3.6. Nejvýznamnějším výsledkem bylo přibližné stanovení obsahu kyslíku.

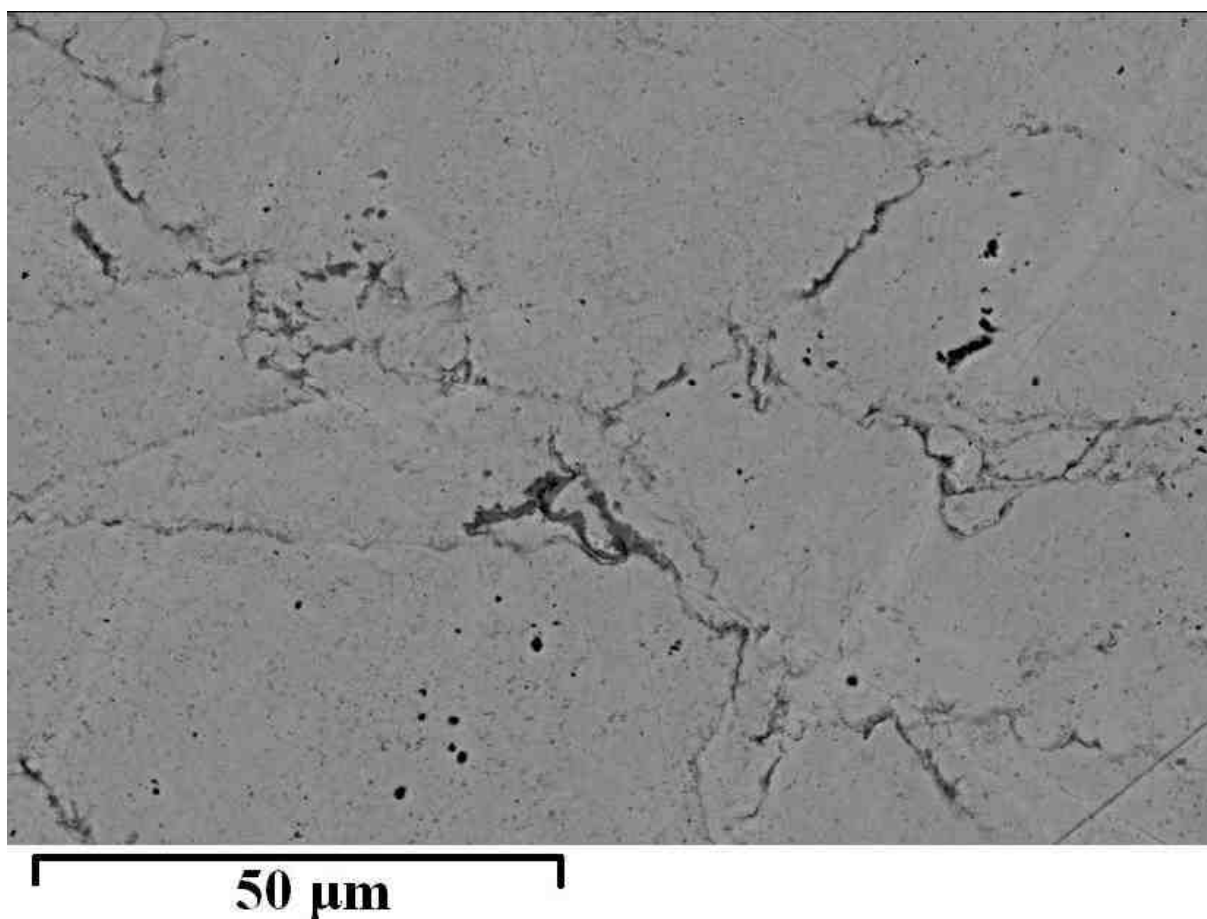
4.6.1. HVOF nástřiky

HVOF Nikl

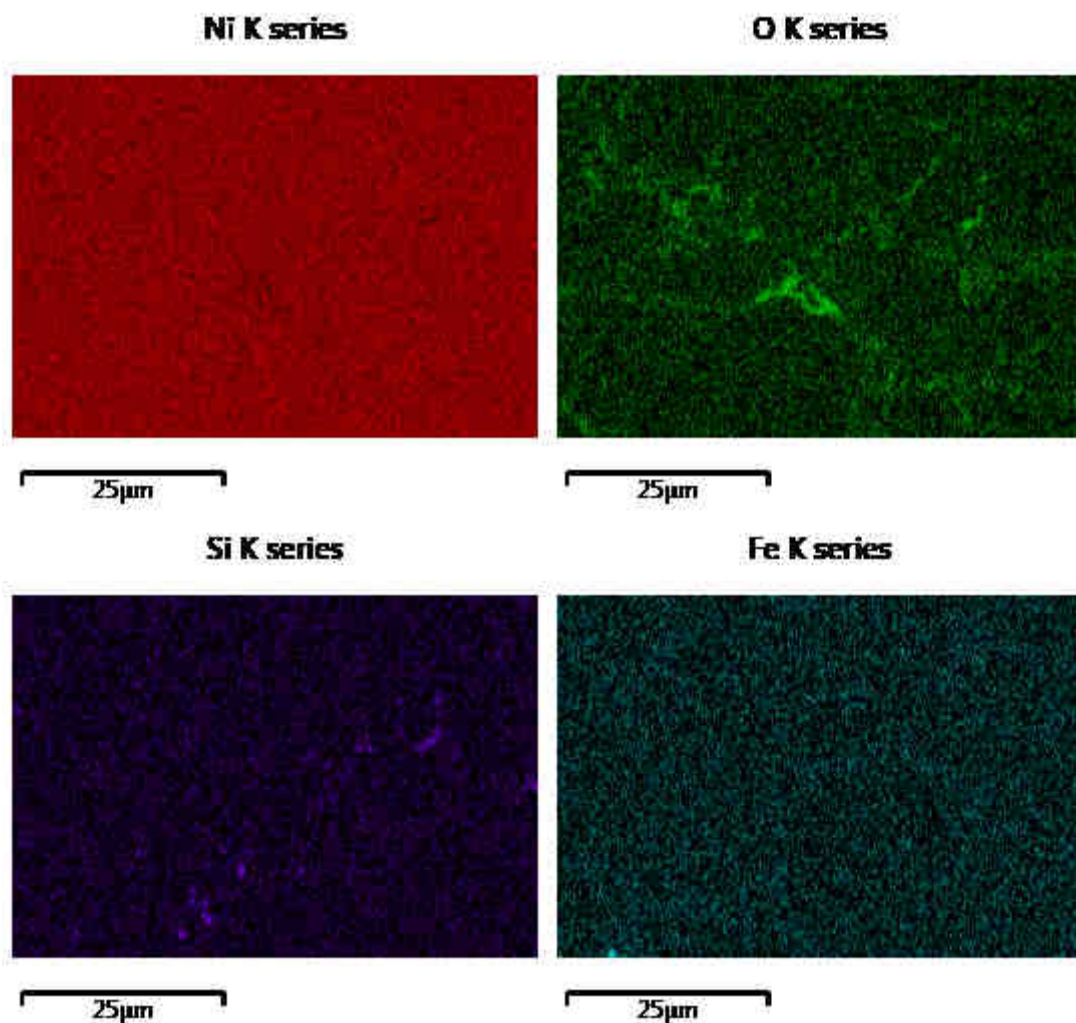
Ačkoliv EDX analýza není v případě analýzy kyslíku nejpřesnější metodou, postačuje pro určení rozložení i základní kvantitativní analýzu (Tab. 15). Kyslík byl určen v obsahu 1%, což vypovídá o velmi dobré kvalitě nástřiku. Na Obr. 4.11 je zobrazeno pole, na kterém byl proveden mapping rozložení prvků. Výsledky mappingu znázorňuje Obr. 4.12. Kyslík se vyskytuje především na hranicích splatek, které představují zoxidovaný povrch letící částice. Při dopadu dojde k rozptýlení částice, oxidy však i nadále tvoří obálku.

Tab. 15 Plošná EDX analýza chemického složení niklového nástřiku

Ni [hm.%]	O [hm.%]	Fe [hm.%]	Si [hm.%]
98,8	1,0	0,1	0,1



Obr. 4.11 SEM snímek oblasti pro EDX analýzu vzorku niklového HVOF nástřiku



Obr. 4.12 Snímky mappingu rozložení prvků niklového HVOF nástřiku

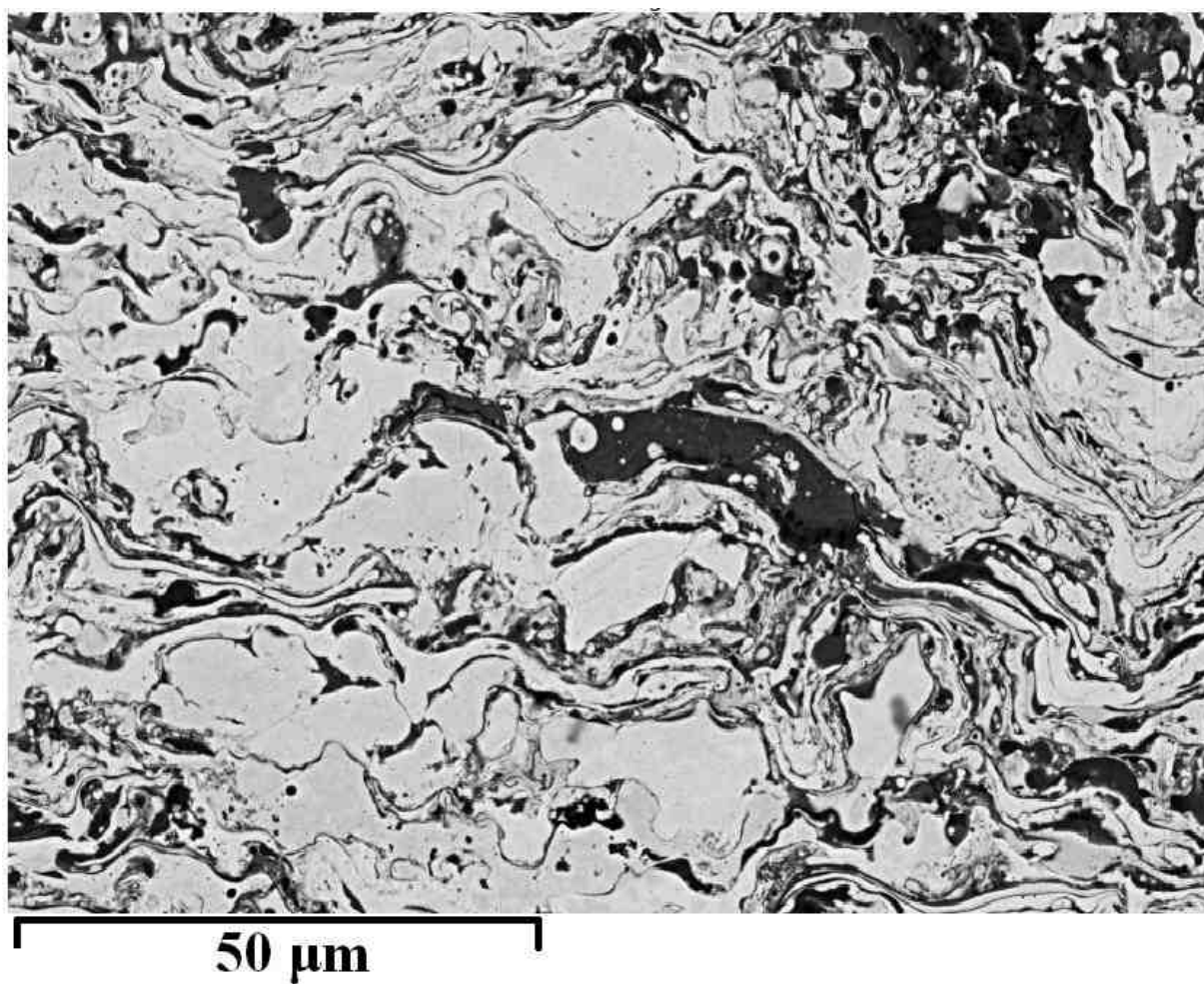
HVOF Železo

Analýza EDX (Tab. 16) ukázala přítomnost Fe, O. Dále byly ve velmi malém množství přítomny Si, Cr, Mn, C. Výskyt manganu je pravděpodobně falešnou indikací z důvodu blízkosti píků. Neočekávaný výskyt chromu je vzhledem ke tvaru indikace při mappingu pravděpodobně nečistotou.

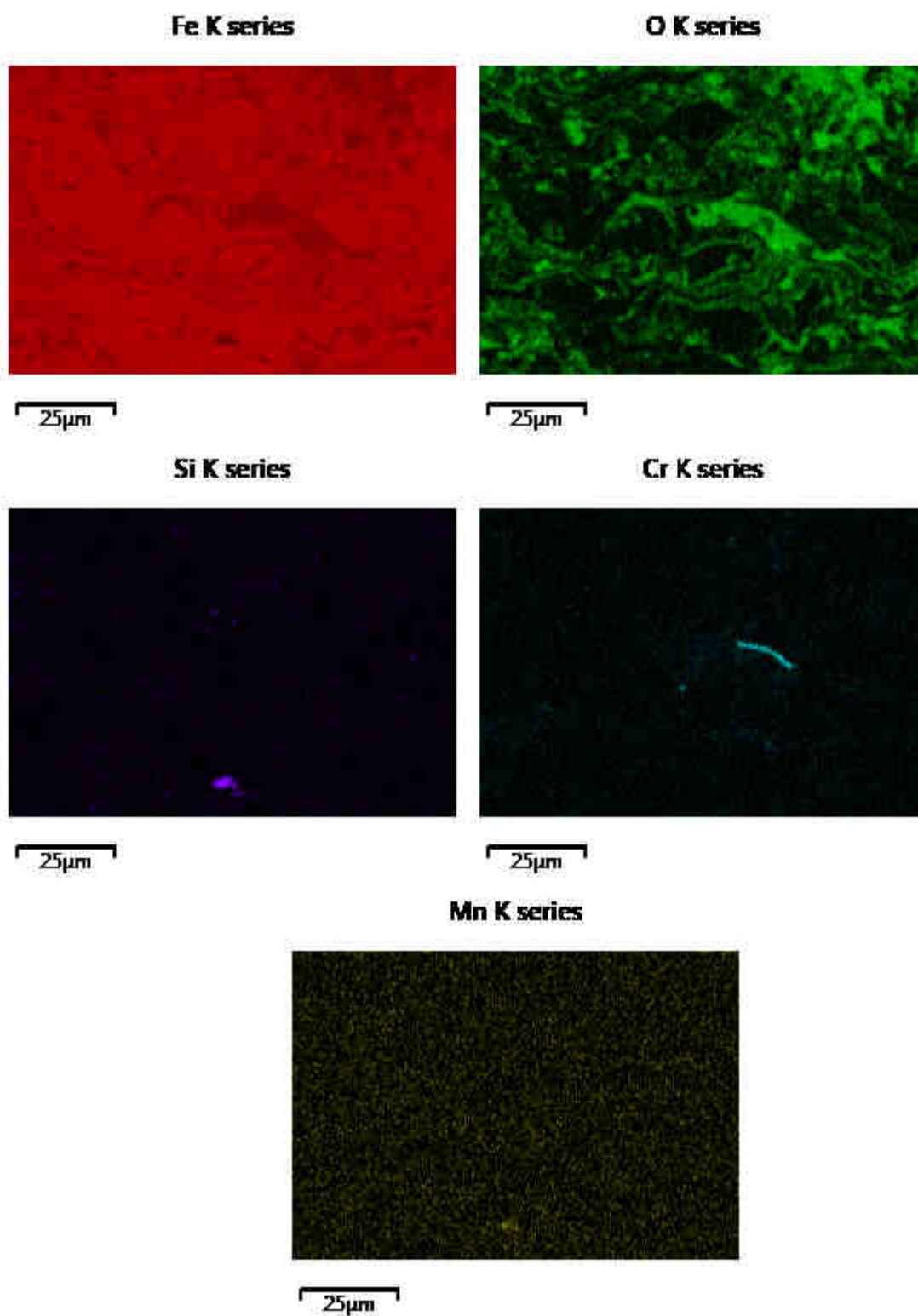
Na Obr. 4.13 je zobrazeno pole, na kterém byl proveden mapping rozložení prvků. Výsledky mappingu znázorňuje Obr. 4.14. Rozložení výskytu železa a kyslíku ukazuje velkou oxidaci částic při nanášení. Také je ale možno sledovat, ve kterých oblastech je oxidace minimální. Tyto oblasti představují nedokonale natavené částice u kterých tak nedošlo k oxidaci. V těchto místech je naopak vyšší koncentrace železa.

Tab. 16 Plošná EDX analýza chemického složení železného nástřiku

Fe [hm.%]	O [hm.%]	Si [hm.%]	Mn [hm.%]	Cr [hm.%]
94,7	4,7	0,3	0,2	0,1



Obr. 4.13 SEM snímek oblasti pro EDX analýzu vzorku železného HVOF nástřiku



Obr. 4.14 Snímky mappingu rozložení prvků železného HVOF nástřiku

4.6.2. Cold spray nástřiky

V Tab. 17 jsou shrnuty výsledky EDX analýzy. Ve všech případech byl prokázán velmi nízký obsah kyslíku a tím i oxidů. Nejvyšší obsah kyslíku vykazoval hliníkový nástřík. Naopak v případě titanu nebyl kyslík EDX analýzou prokázán.

Tab. 17 Výsledky EDX analýzy cold spray nástřiků, hmotnostní %

---	Al [hm.%]	Cu [hm.%]	Ni [hm.%]	Ti [hm.%]	Sn [hm.%]	O [hm.%]
Al nástřík	98,58					1,42
Cu nástřík		98,8			0,87	0,33
Ni nástřík			99,6			0,4
Ti nástřík				100,0		

Naměřené hodnoty potvrzují minimální ovlivnění chemického složení prášku procesem nástřiku. Vzhledem k velmi nízkému obsahu kyslíku nebyl proveden mapping rozložení prvků. Obsah kyslíku odpovídá oxidaci prášků, díky tomu nebyl v titanovém nástřiku připraveném z prášku ve vakuovaném obalu zaznamenán. Ostatní materiály byly skladovány v běžných nádobách a mohly tedy oxidovat.

4.7. Měření mikrotvrdosti

Postup měření mikrotvrdosti je popsán v kapitole 3.3.7. Všechny hodnoty mikrotvrdosti byly získány při zatížení 1 kg, značeno HV1. Na základě hodnot mikrotvrdosti byly způsobem popsáním v kapitole 3.3.7 odhadnuty meze pevnosti (kluzu).

Tab. 18 Mikrotvrdost HVOF nástřiků (HV1)

Číslo měření	Ni		Fe	
	Zboku	Shora	Zboku	Shora
1	200	321	486	567
2	198	299	497	546
3	224	316	501	441
4	246	305	658	632
5	244	267	556	527
Průměr	222	302	540	543
Sm. odchylka	20,61	18,97	63,98	61,91
Odhad R_e [MPa]	639	867	---	---
Odhad R_m [MPa]	746	1011	1775	1775

Niklový nástřík vykazuje významný rozdíl mezi mikrotvrdostí při pronikání tělesa kolmo na povrch nástřiku (shora) a rovnoběžně s povrchem nástřiku (z boku). Železný nástřík vykazuje velmi vysokou tvrdost, ta je pravděpodobně způsobena vysokým podílem oxidů ve struktuře.

V případě cold spray nástřiků Ti, Cu a Al (Tab. 19) je rozdíl mikrotvrdosti v různých směrech v mezích směrodatné odchylky. Blízké hodnoty mikrotvrdosti v různých směrech naznačují izotropní chování materiálu. Pro potvrzení by však bylo nutné provést i další směrově orientovaná měření.

Tab. 19 Mikrotvrdost cold spray nástřiků (HV1)

	Ni		Ti		Cu		Al	
Číslo měření	Zboku	Shora	Zboku	Shora	Zboku	Shora	Zboku	Shora
1	263	188	203	233	179	202	46,3	46,9
2	260	152	184	179	184	202	44,1	51,3
3	254	205	253	233	209	181	53,4	52,9
4	252	177	270	214	185	187	54,3	51,3
5	257	192	268	182	178	196	53,8	46,5
Průměr	257	183	236	208	187	194	50,4	49,8
Sm. odchylka	3,97	17,81	35,39	23,68	11,33	8,36	4,30	2,58
Odhad R_e [MPa]	739	525	677	598	537	556	145	143
Odhad R_m [MPa]	862	613	790	698	627	649	169	167

Významný rozdíl hodnot mikrotvrdosti v odlišných směrech v případě nástřiku Ni je zřejmě způsoben přítomností porosity obsažené ve vzorku při měření shora (tento vzorek byl odebrán v “nebezpečné oblasti”, viz. Obr. 3.11). Z tohoto důvodu považujeme dané měření za nereprezentativní.

4.8. Rezonanční měření modulu pružnosti

Měřením na přístroji Grindosonic Mk. 5i, které bylo popsáno v kapitole 2.3.3 jsme určili modul pružnosti vzorků. V případě HVOF bylo měření provedeno na 3 vzorcích, u CS na 6 vzorcích.

Tab. 20 Průměrné hodnoty modulu pružnosti nástřiků

	Al [GPa]	Cu [GPa]	Fe [GPa]	Ni [GPa]	Ti [GPa]
HVOF	---	---	$125 \pm 1,98$	$155 \pm 4,32$	---
Cold spray	$63 \pm 1,33$	$119 \pm 1,17$	---	$125 \pm 12,67$	$92 \pm 2,00$

Z výsledků v Tab. 20 je patrná malá směrodatná odchylka naměřených hodnot. Pouze CS Ni vykazuje poměrně vysokou odchylku. Při analýze výsledků bylo zjištěno, že vzorky CS Ni vykazují závislost modulu pružnosti na vzdálenosti odběru vzorku od substrátu. Tento efekt je patrný v Tab. 21. Vrstva 1 je nejbližší volnému povrchu, vrstva 3 je nejbližší rozhraní nástřik/substrát.

Tab. 21 Hodnoty modulu pružnosti vzorků niklového CS nástřiku závislé na poloze vzorku

	Vrstva 1	Vrstva 2	Vrstva 3
σ_E vrstvy [GPa]	111,1	120,5	135,7

Určené moduly pružnosti pro hliník a měď nanesené metodou cold spray se pohybují v rozmezí směrodatné odchylky od tabulkových hodnot. Ostatní materiály vykazují významné odchylky směrem k nižším hodnotám.

4.9. Tahová zkouška na zmenšených plochých tělesech

Byla provedena tahová zkouška na miniaturizovaných plochých tělesech. V případě CS těles bylo měření provedeno na tělesech umístěných v různé vzdálenosti od rozhraní substrát/nástřik. Nástřik HVOF umožnil kladení pouze jedné vrstvy těles, efekt různé pozice tedy není zachycen.

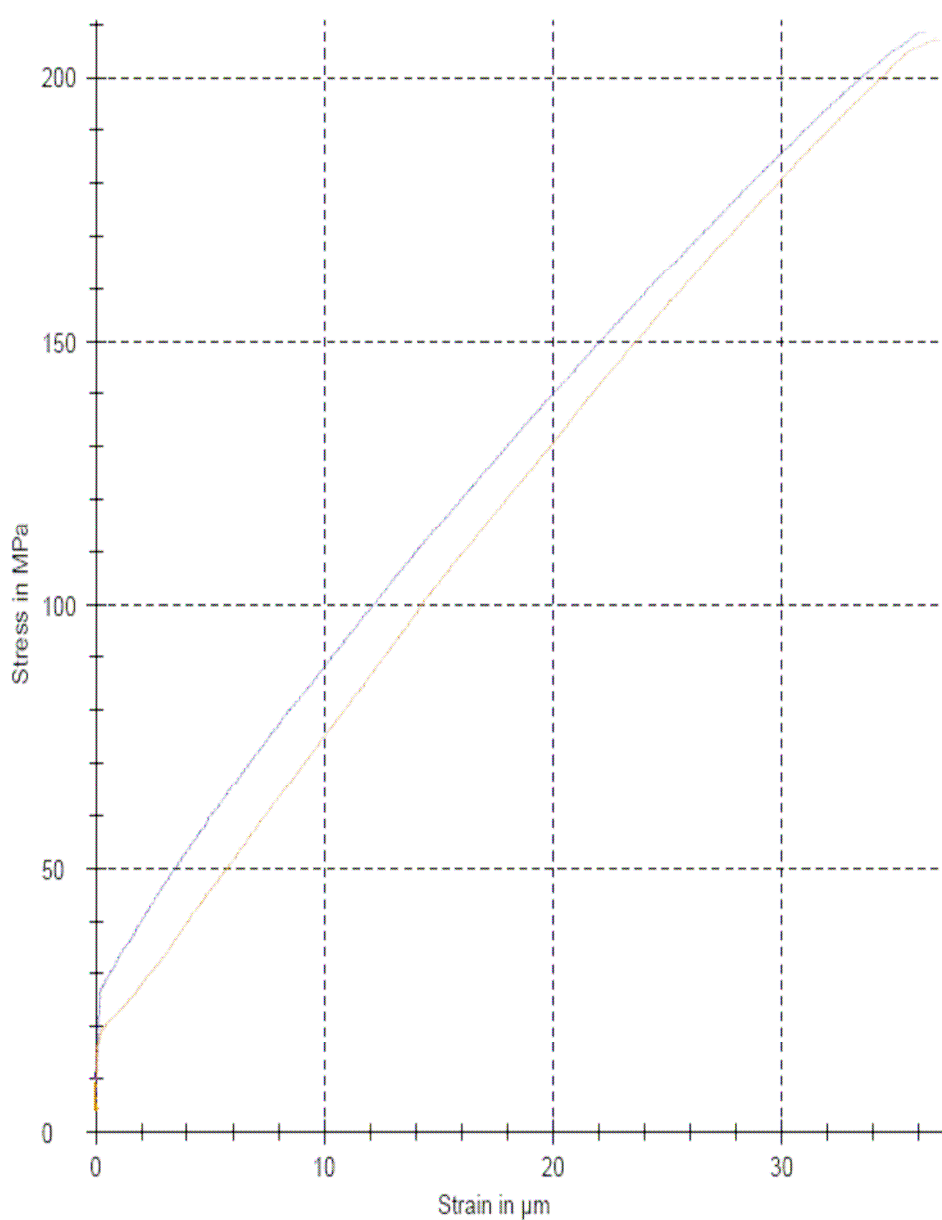
4.9.1. HVOF nástřiky

HVOF Fe

Výsledky měření na železném nástřiku připraveném technologií HVOF jsou shrnuty v Tab. 22.

Tab. 22 Výsledky tahové zkoušky niklového nástřiku naneseného technologií HVOF

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	E [GPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	A_t [%]
1	3,041	3,994	168,3	208,5	0,037	0,037
2	3,039	3,999	119,9	207,1	0,024	0,025



Obr. 4.15 Graf tahové zkoušky vzorků železného HVOF nástřiku

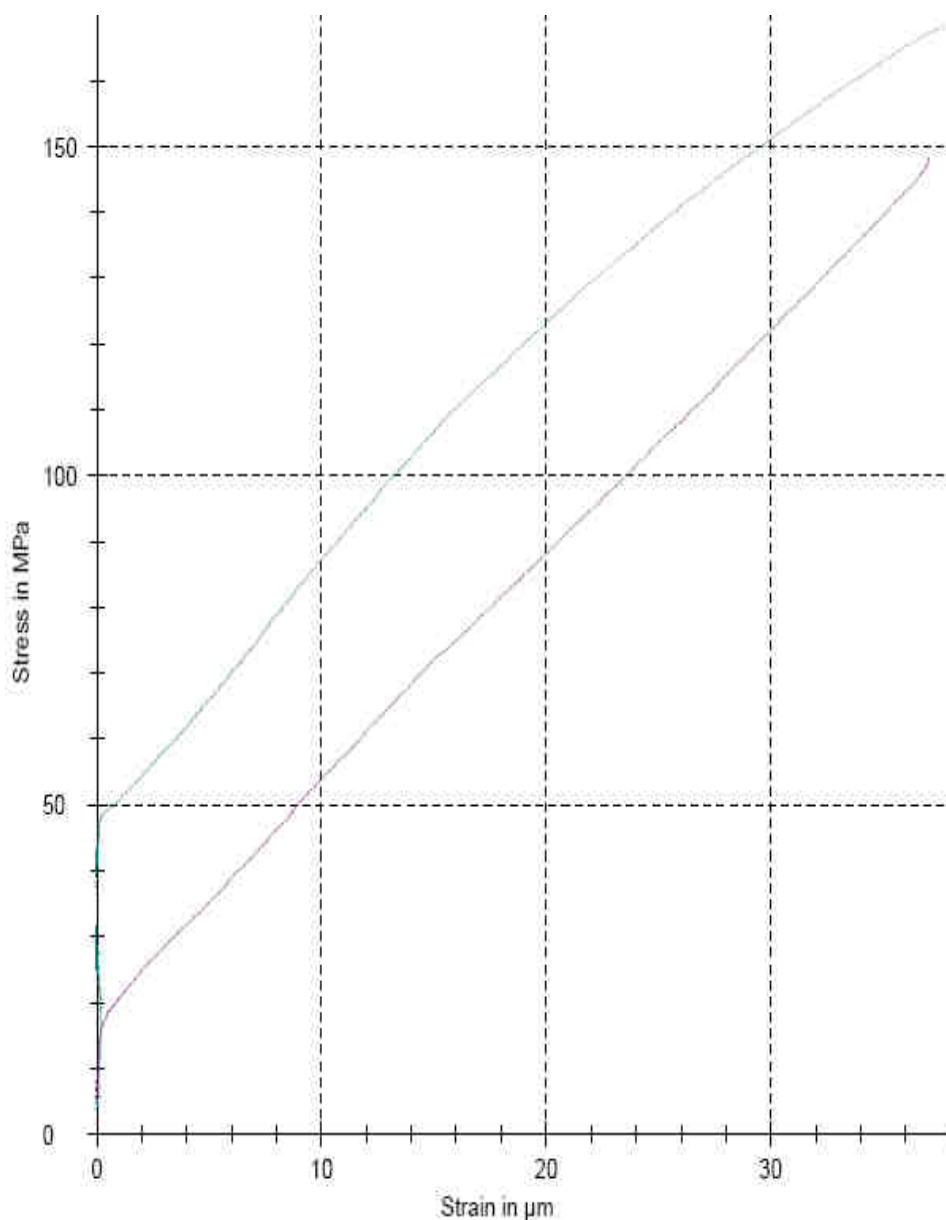
Vzorky byly odebrány ze stejné vrstvy nástřiku, není tedy možno pozorovat závislost na poloze.

HVOF Ni

Výsledky měření na niklovém nástřiku připraveném technologií HVOF jsou shrnuty v Tab. 23.

Tab. 23 Výsledky tahové zkoušky niklového nástřiku naneseného technologií HVOF spray

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	E [GPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	A_t [%]
1	3,041	4	73,7	148,4	0,007	0,007
2	3,032	3,998	83,9	168,1	0,041	0,042



Obr. 4.16 Graf tahové zkoušky vzorků niklového HVOF nástřiku

Vzorky byly odebrány ze stejné vrstvy nástřiku, není tedy možno pozorovat závislost na poloze.

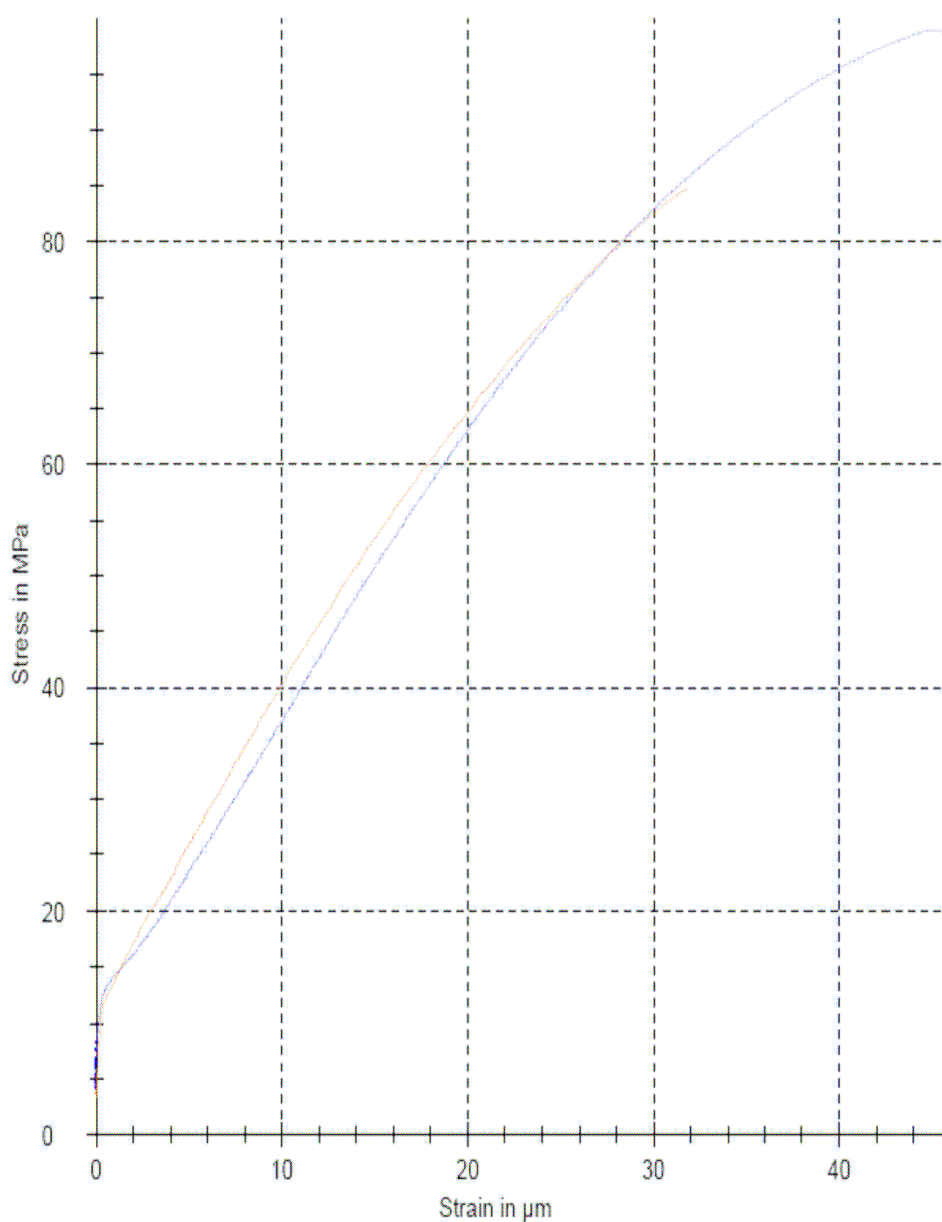
4.9.2. Cold spray nástřiky

CS Al

Výsledky měření na hliníkovém nástřiku připraveném technologií cold spray jsou shrnuty v Tab. 24.

Tab. 24 Výsledky tahové zkoušky hliníkového nástřiku naneseného technologií cold spray

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	E [GPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	A_t [%]
1.1	3,049	3,979	57,9	84,7	0,032	0,033
3.3	3,035	3,983	68,5	98,9	0,050	0,052



Obr. 4.17 Graf tahové zkoušky vzorků hliníkového cold spray nástřiku

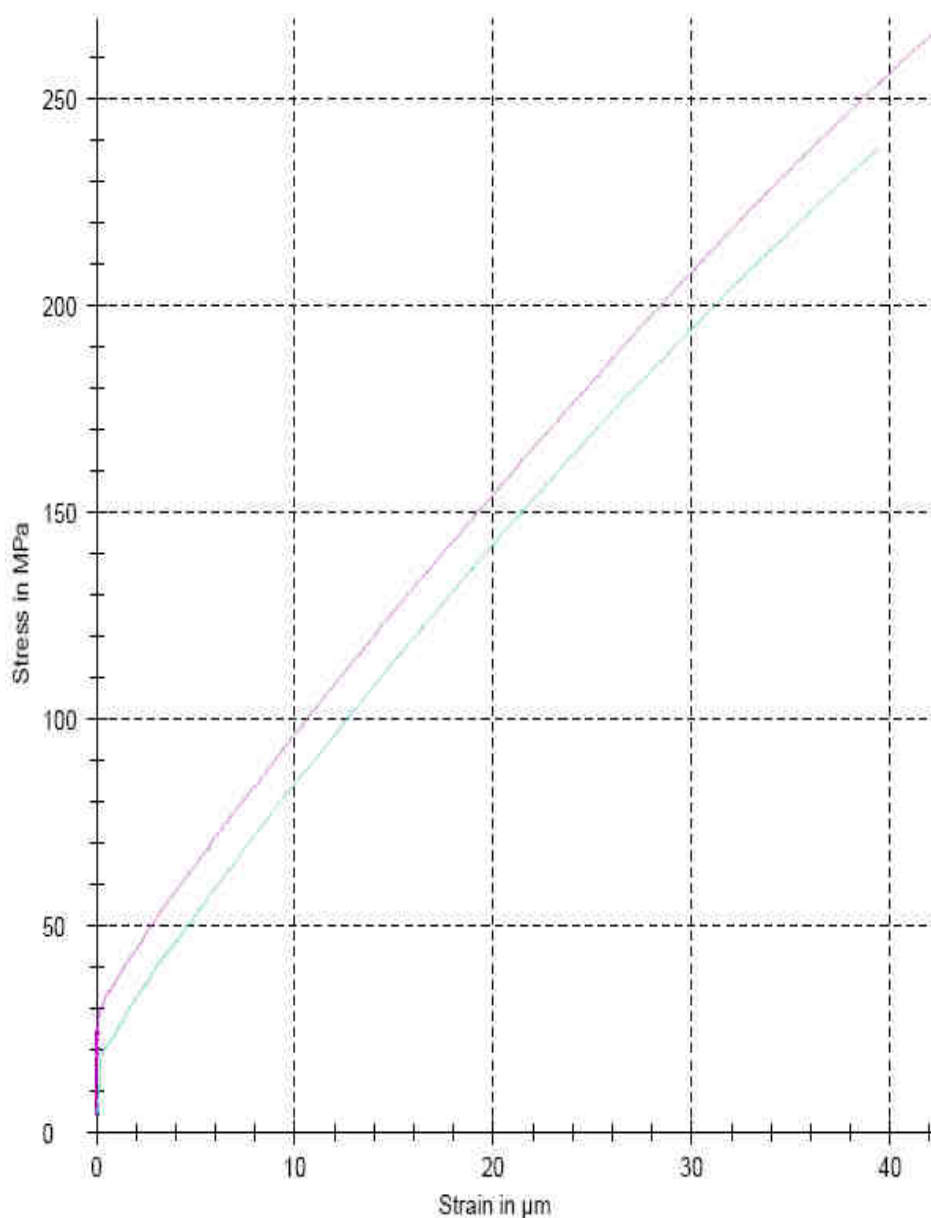
Vzorek umístěný dále od rozhraní substrát/nástřik vykazuje nižší modul pružnosti, mez pevnosti i prodloužení.

CS Cu

Výsledky měření na měděném nástřiku připraveném technologií cold spray jsou shrnuty v Tab. 25.

Tab. 25 Výsledky tahové zkoušky měděného nástřiku naneseného technologií cold spray

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	E [GPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	A_t [%]
1.1	3,036	3,965	129,0	237,6	0,029	0,029
3.3	3,054	3,979	161,7	266,4	0,025	0,026



Obr. 4.18 Graf tahové zkoušky vzorků měděného cold spray nástřiku

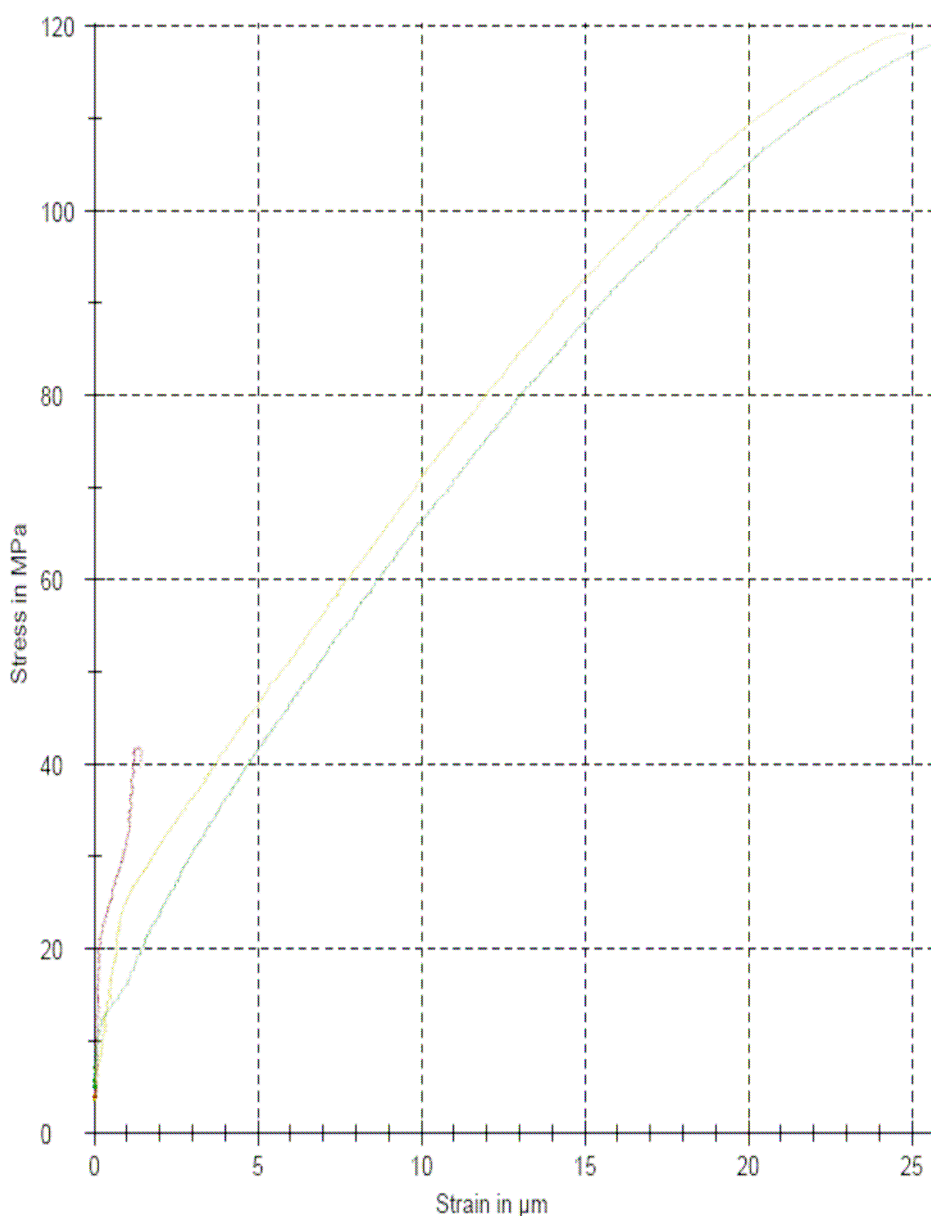
Vzorek umístěný dále od rozhraní/substrát nástřik vykazuje nižší modul pružnosti a mez pevnosti, dosáhl však vyššího prodloužení.

CS Ni

Výsledky měření na niklovém nástřiku připraveném technologií cold spray jsou shrnuty v Tab. 26.

Tab. 26 Výsledky tahové zkoušky niklového nástřiku naneseného technologií cold spray

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	E [GPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	A_t [%]
2.1	3,050	3,984	-	41,9	-	-
3.1	2,998	3,993	100,2	118,0	0,027	0,028
3.2	3,016	3,993	128,0	119,2	0,022	0,023



Obr. 4.19 Graf tahové zkoušky vzorků niklového cold spray nástřiku

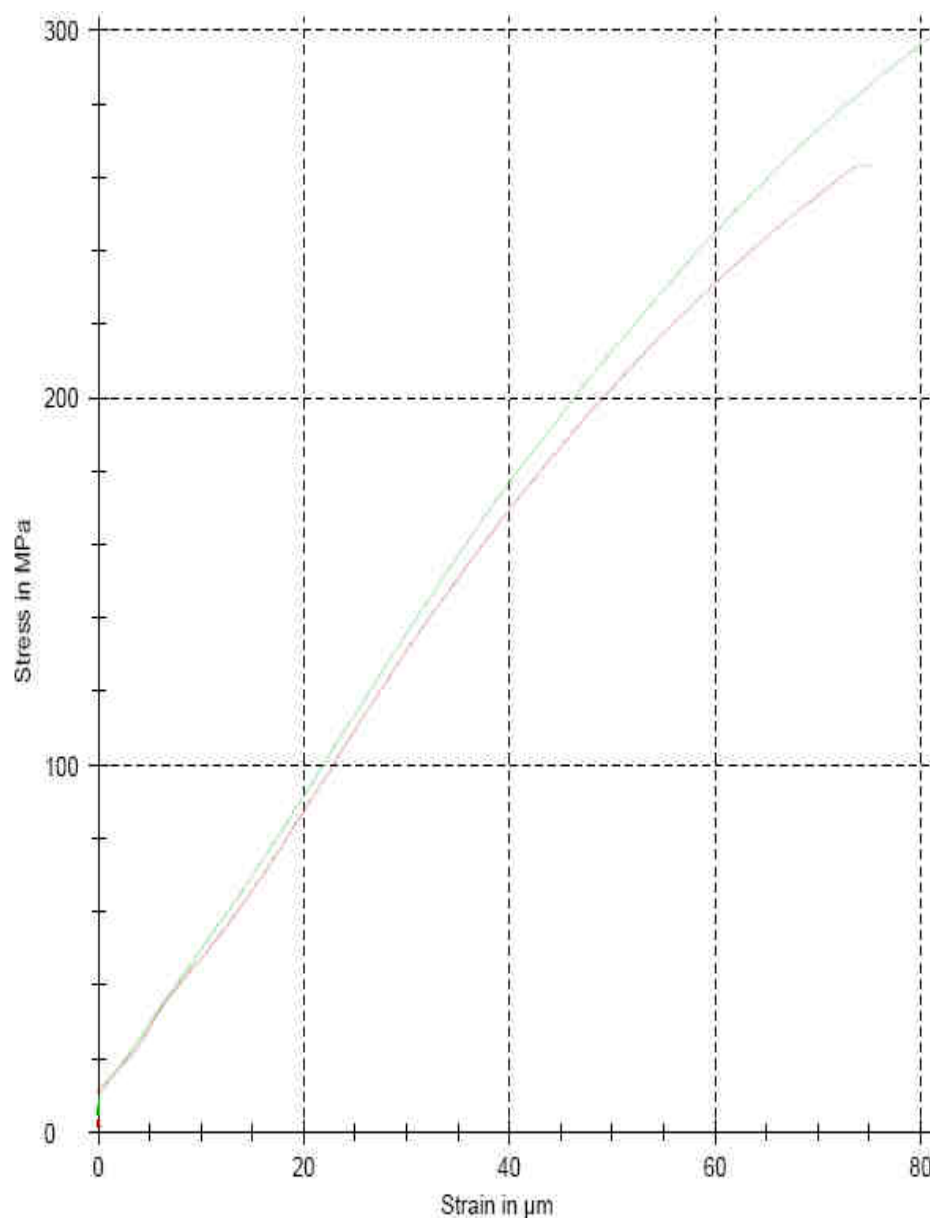
Na vzorku CS Ni 2.1 byly patrná trhlinka, vzorek tak byl oslaben a praskl v této trhlině. Není tak možno provést srovnání mechanických vlastností v závislosti na poloze vzorku. Také s tímto vzorkem nebudeme počítat při statistickém zpracování.

CS Ti

Výsledky měření na měděném nástřiku připraveném technologií cold spray jsou shrnuty v Tab. 27.

Tab. 27 Výsledky tahové zkoušky titanového nástřiku naneseného technologií cold spray

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	E [GPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	A_t [%]
1.1	3,068	3,997	87,8	300,4	0,073	0,073
3.2	3,015	4,002	110,0	263,12	0,056	0,062



Obr. 4.20 Graf tahové zkoušky vzorků titanového cold spray nástřiku

Vzorek umístěný blíže rozhraní substrát/nástřik dosáhl nižší mez kluzu a prodloužení, vykazuje však vyšší modul pružnosti.

4.10. Ohybová zkouška na zmenšených tělesech

Byla provedena zkouška 3-bodovým ohybem postupem popsáním v kapitole 3.3.12. Rozměry zkušebních těles byly popsány v kapitole 2.3.3

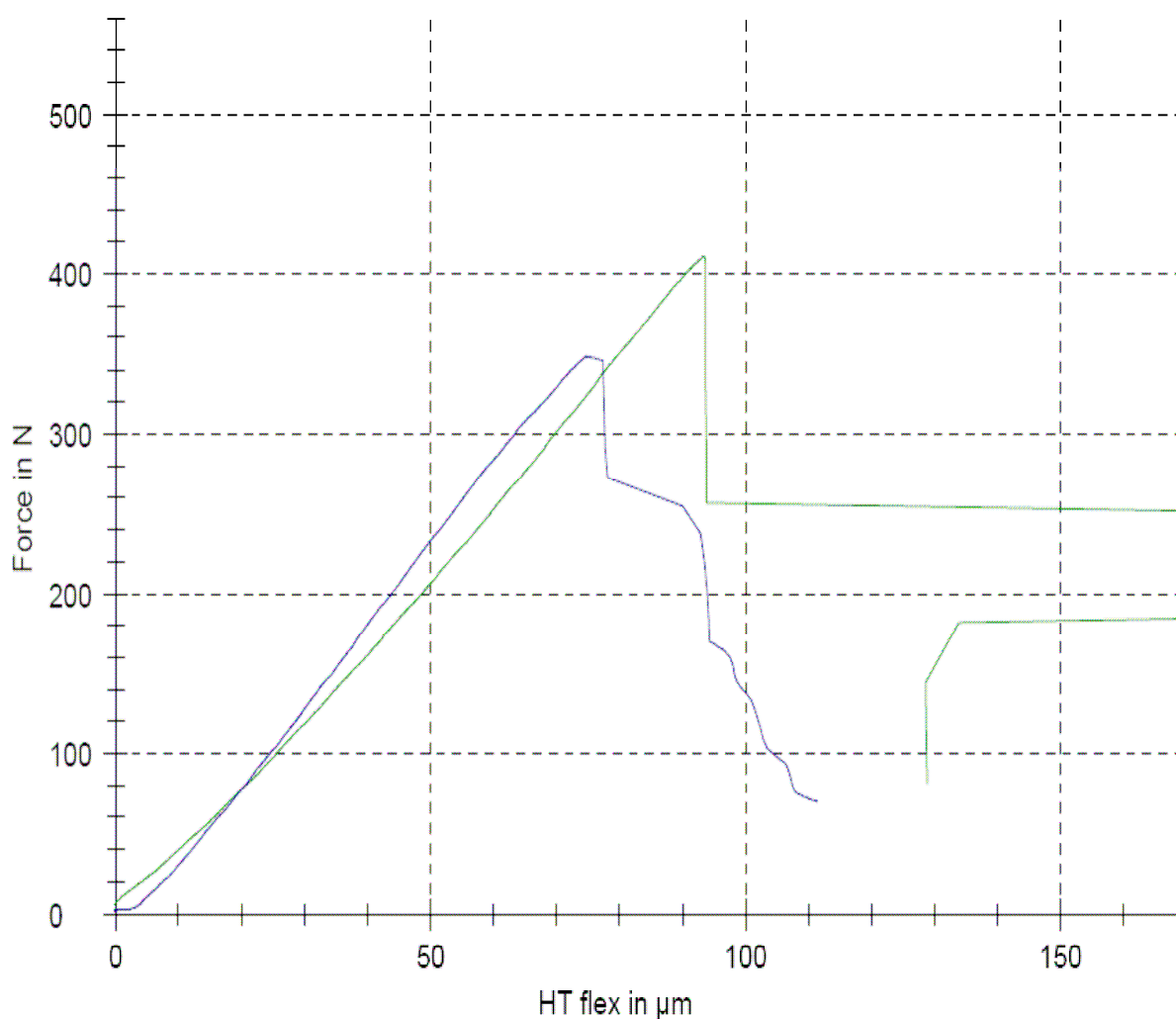
4.10.1. HVOF nástřiky

HVOF Fe

Výsledky zkoušky 3-bodovým ohybem na železném nástřiku připraveném technologií HVOF jsou shrnuty v Tab. 28.

Tab. 28 Výsledky zkoušky železného HVOF nástřiku 3-bodovým ohybem

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	S_0 [mm ²]	F_{\max} [MPa]	Max. Ohyb [mm]
1	3,044	4,047	12,32	329,39	0,094
2	3,055	4,046	12,36	276,67	0,075



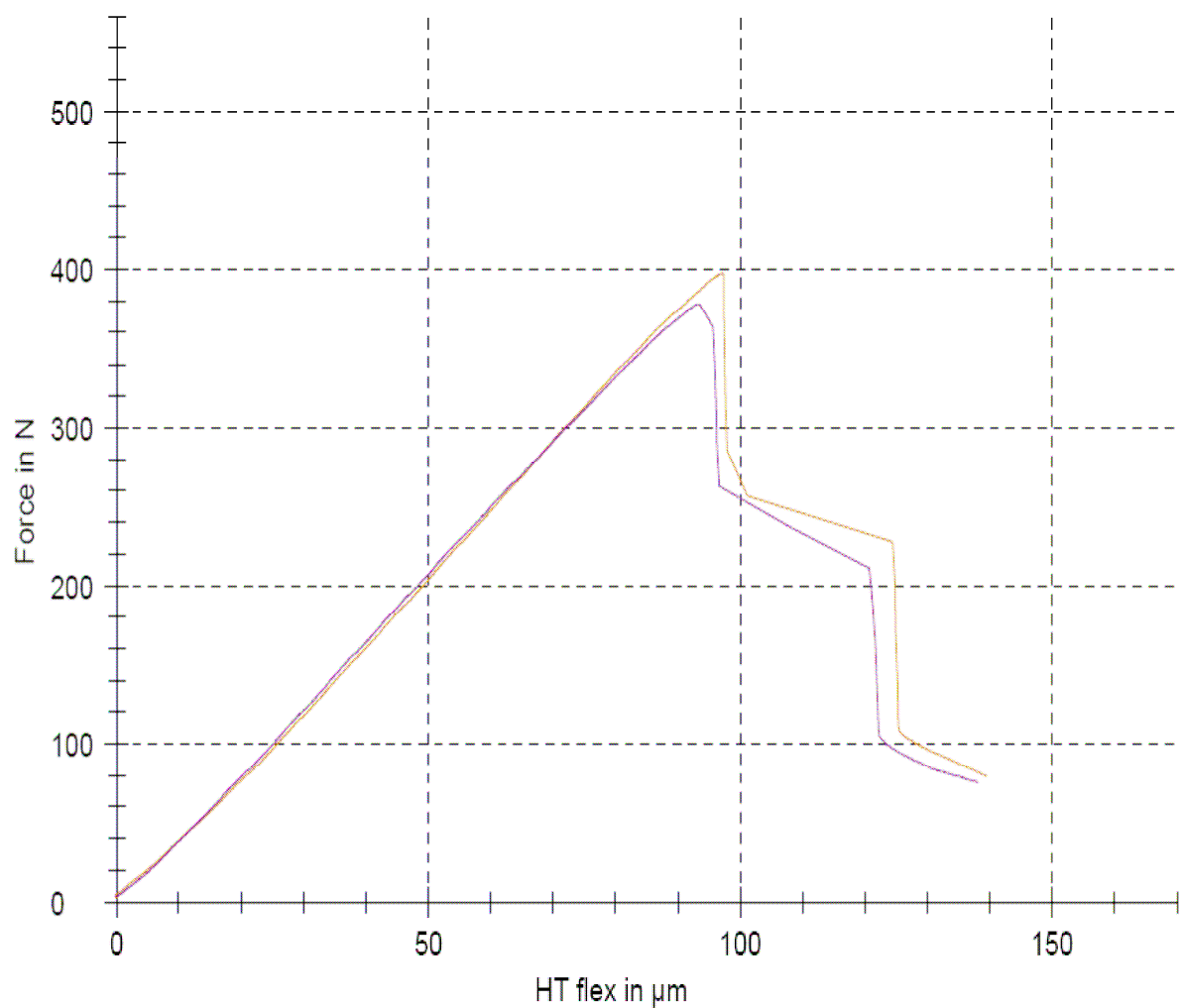
Obr. 4.21 Graf zkoušky železného HVOF nástřiku 3-bodovým ohybem

HVOF Ni

Výsledky zkoušky 3-bodovým ohybem na železném nástřiku připraveném technologií HVOF jsou shrnuty v Tab. 29.

Tab. 29 Výsledky zkoušky niklového HVOF nástřiku 3-bodovým ohybem

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	S_0 [mm ²]	F_{\max} [MPa]	Max. Ohyb [mm]
1	3,039	4,039	12,27	319,90	0,097
2	3,030	4,048	12,27	305,28	0,093



Obr. 4.22 Graf zkoušky niklového HVOF nástřiku 3-bodovým ohybem

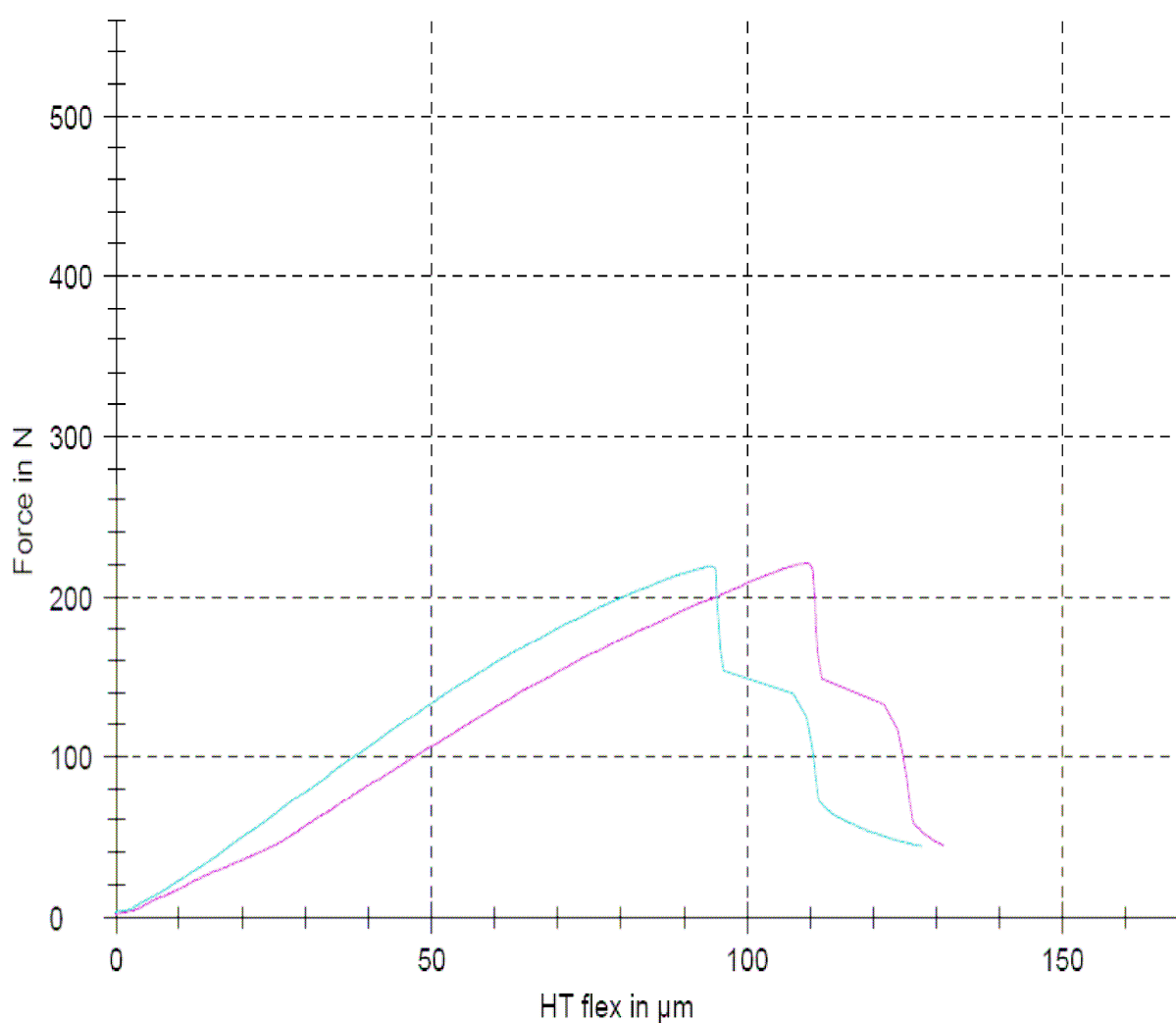
4.10.2. Cold spray nástřiky

Cs Al

Výsledky zkoušky 3-bodovým ohybem na hliníkovém nástřiku připraveném technologií cold spray jsou shrnuty v Tab. 30.

Tab. 30 Výsledky zkoušky hliníkového cold spray nástřiku 3-bodovým ohybem

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	S_0 [mm ²]	F_{\max} [MPa]	Max. Ohyb [mm]
1.1	3,120	4,071	12,70	166,97	0,109
3.2	3,043	4,053	12,33	174,86	0,094



Obr. 4.23 Graf zkoušky hliníkového cold spray nástřiku 3-bodovým ohybem

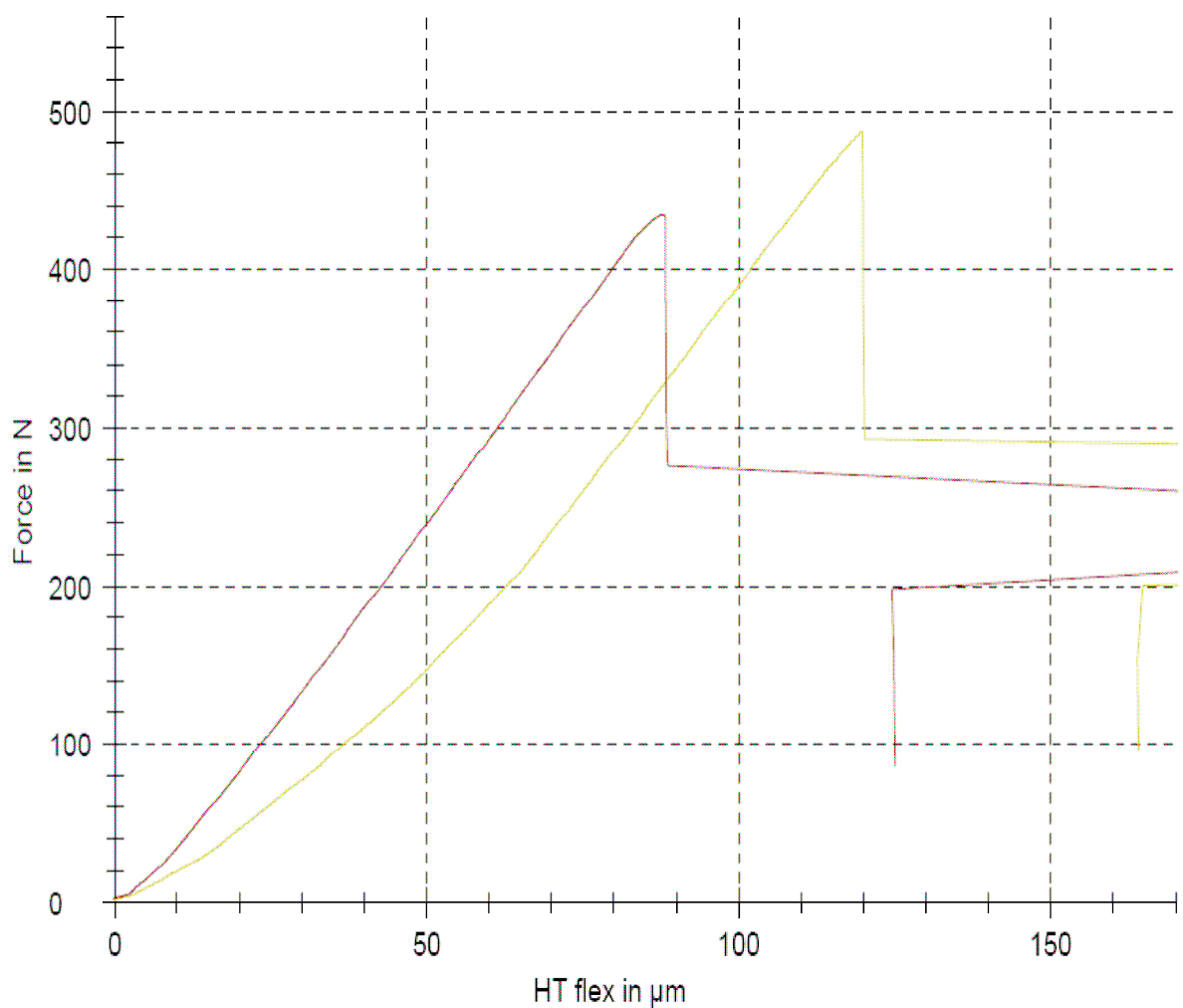
Vzorek umístěný dále od rozhraní substrát/nástřik dosáhl vyšší síly při lomu i většího průhybu.

Cs Cu

Výsledky zkoušky 3-bodovým ohybem na měděném nástřiku připraveném technologií cold spray jsou shrnuty v Tab. 31.

Tab. 31 Výsledky zkoušky měděného cold spray nástřiku 3-bodovým ohybem

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	S_0 [mm ²]	F_{\max} [MPa]	Max. Ohyb [mm]
1.1	3,101	4,057	12,58	374,77	0,120
3.2	3,051	4,052	12,36	345,39	0,088



Obr. 4.24 Graf zkoušky měděného cold spray nástřiku 3-bodovým ohybem

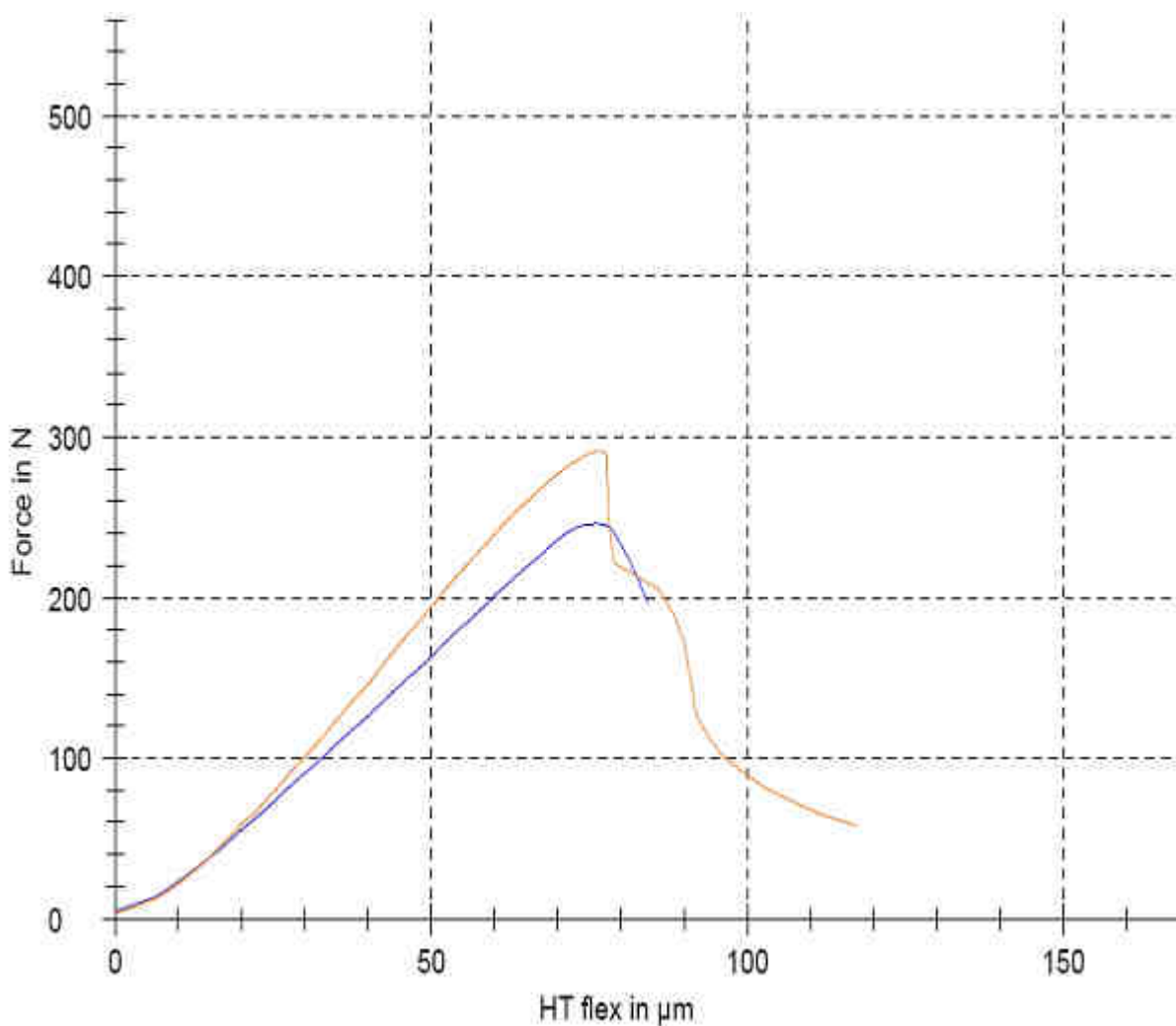
Vzorek umístěný dále od rozhraní substrát/nástřík dosáhl vyšší síly při lomu i většího průhybu.

Cs Ni

Výsledky zkoušky 3-bodovým ohybem na niklovém nástřiku připraveném technologií cold spray jsou shrnuty v Tab. 32.

Tab. 32 Výsledky zkoušky niklového cold spray nástřiku 3-bodovým ohybem

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	S_0 [mm ²]	F_{\max} [MPa]	Max. Ohyb [mm]
1.1	3,064	4,043	12,39	194,26	0,076
3.2	3,026	4,039	12,22	236,37	0,077



Obr. 4.25 Graf zkoušky niklového cold spray nástřiku 3-bodovým ohybem

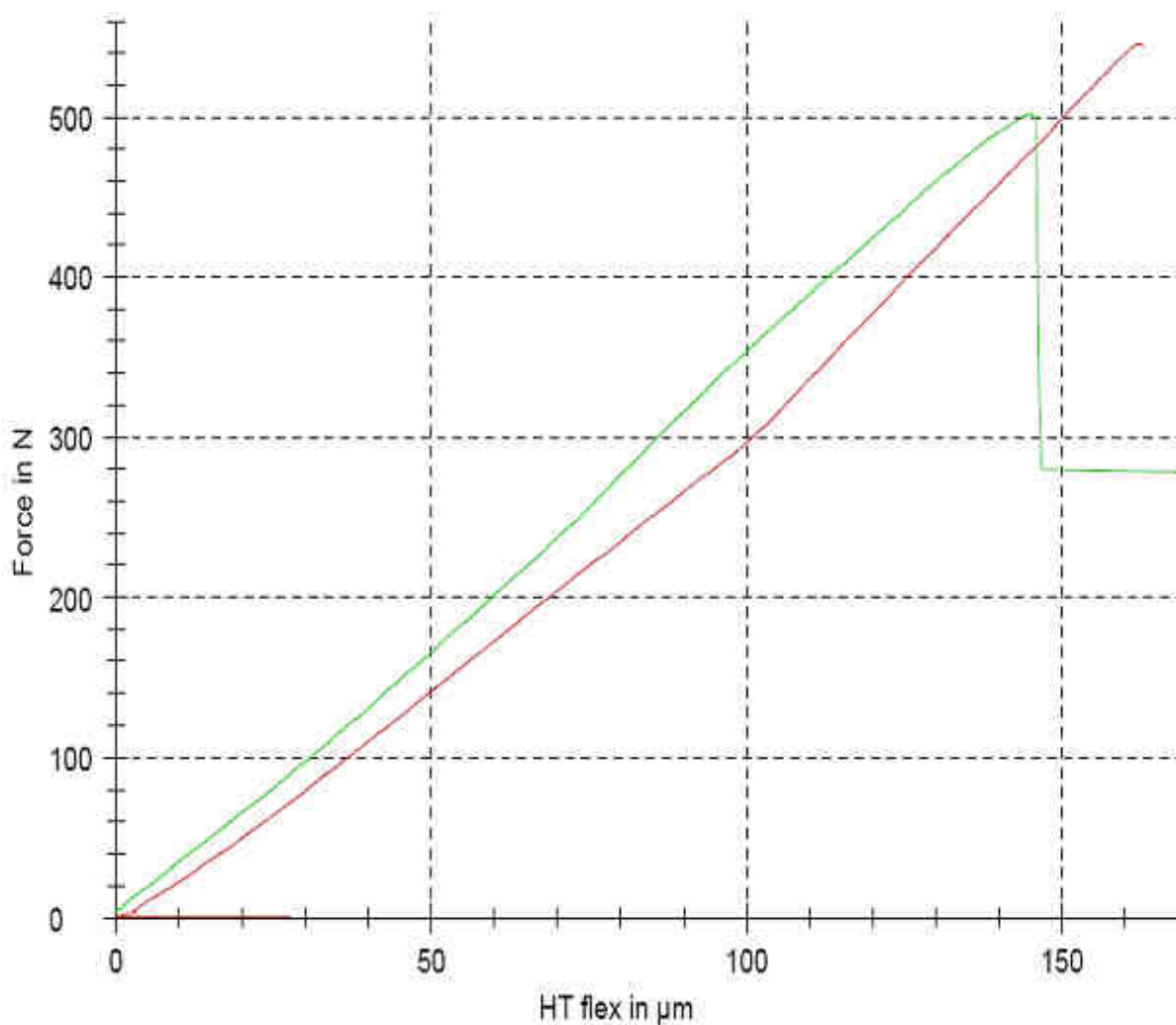
Vzorek umístěný dále od rozhraní substrát/nástřík dosáhl menší síly při lomu i menšího průhybu..

Cs Ti

Výsledky zkoušky 3-bodovým ohybem na titanovém nástřiku připraveném technologií cold spray jsou shrnuty v Tab. 33.

Tab. 33 Výsledky zkoušky titanového cold spray nástřiku 3-bodovým ohybem

Vzorek	a_0 [mm]	b_0 [mm]	S_0 [mm ²]	F_{\max} [MPa]	Max. Ohyb [mm]
1.1	3,060	4,047	12,38	431,92	0,162
3.2	3,049	4,075	12,42	397,20	0,145



Obr. 4.26 Graf zkoušky titanového cold spray nástřiku 3-bodovým ohybem

Vzorek umístěný dále od rozhraní substrát/nástřík dosáhl vyšší síly při lomu i většího průhybu.

5. Diskuze výsledků

Při pozorování světelným mikroskopem i SEM byl v případě HVOF nástríků velmi výrazný tvar splatů. Viditelnost hranic splatů je patrně způsobena oxidací povrchu natavené letící částice, tato zoxidovaná vrstva se při dopadu zachová jako obálka splatu.

Vzorky připravené technologií cold spray jsou kvalitně slinuté, pouze u hliníkového nástríku je možno pozorovat tvar splatů. Zřejmě se jedná o oxidickou vrstvu na povrchu částic, která vznikla při skladování prášku s vysokou afinitou ke kyslíku v běžné nádobě.

Porosita HVOF nástríků určená pomocí analýzy obrazu na snímcích SEM se pohybovala v očekávaném rozmezí pro tuto technologii. Vzorky připravené technologií cold spray vykazovaly porositu pod 1%, patrně v důsledku použití vysokotlakého cold spray zařízení (PCS 1000). Nebyla prokázána závislost vývoje porosity na vzdálenosti od volného povrchu nástríku, kompaktace dopadajícími částicemi je zřejmě účinná do malé hloubky a při velké tloušťce nástríku se její vliv na vývoj porosity již neprojevuje.

Tab. 34 Hodnoty porosity získané analýzou obrazu

	Al [%]	Cu [%]	Fe [%]	Ni [%]	Ti [%]
HVOF	---	---	3,42	2,69	---
Cold spray	0,84	1,06	---	0,36	0,26

Relativní hustota byla kromě porosity zřejmě snížena přítomností oxidů a příměsí které mají nižší hustotu než čistý kov. Všechny vzorky s výjimkou HVOF Fe vykazují přibližně stejnou relativní hustotu. Nízká relativní hustota HVOF Fe je patrně způsobena neoptimalizovanými stříkáckými parametry vedoucími k vysoké porositě a oxidaci. Oxidaci potvrzují výsledky EDX analýzy.

Tab. 35 Relativní hustota měřená archimédovským vážením

	Al rel. ρ [%]	Cu rel. ρ [%]	Fe rel. ρ [%]	Ni rel. ρ [%]	Ti rel. ρ [%]
HVOF	---	---	84,96	96,92	---
Cold spray	96,46	97,59	---	94,17	94,97

Analýza chemického složení určila v případě HVOF kyslík v obsahu 1% pro Ni nástrík a 4,7% pro Fe nástrík, tato hodnota odpovídá vzhledu mikrostruktury. Obsah kyslíku je způsoben ohřevem částic na vysokou teplotu při procesu nanášení.

Tab. 36 Výsledky plošné EDX analýzy

---	Al [hm.%]	Cr [hm.%]	Cu [hm.%]	Fe [hm.%]	Mn [hm.%]	Ni [hm.%]	Si [hm.%]	Sn [hm.%]	Ti [hm.%]	O [hm.%]
CS Al	98,58									1,42
CS Cu			98,8					0,87		0,33
CS Ni						99,6				0,4
CS Ti									100,0	
HVOF Fe		0,1		94,7	0,2		0,3			4,7
HVOF Ni				0,1		98,8	0,1			1

Nástríky připravené technologií cold spray vykazují nízký obsah kyslíku. V případě Ti, který byl k nástríku technologií cold spray dodán v původním vakuovaném obalu od výrobce nebyl

kyslík EDX analýzou zaznamenán. Lze předpokládat, že výskyt kyslíku je způsoben převážně oxidací prášku v běžných nádobách.

Vzorky železného nástřiku připraveného technologií HVOF vykazovaly vysokou tvrdost, to je zřejmě způsobeno vysokým podílem oxidů ve struktuře. Niklový HVOF nástřik vykazuje rozdílnou tvrdost v různých směrech indentace, není však možno určit důvod.

Tab. 37 Mikrotvrdost HVOF nástřiků

	Ni [HV 1]		Fe [HV 1]	
	Z Boku	Shora	Z Boku	Shora
Průměr	222	302	540	543
Tabulková hodnota	65		62	

Materiály připravené technologií cold spray vykazují přibližně stejné hodnoty tvrdosti v různých směrech indentace, je možno odhadovat izotropní chování materiálu.

Všechny vzorky vykazovaly vyšší tvrdost, než běžné objemové vzorky. U vzorků připravených technologií HVOF je to patrně způsobeno vlivem oxidů. Materiály připravené technologií cold spray zřejmě zpevnily v důsledku plastické deformace při nanášení.

Tab. 38 Mikrotvrdost cold spray nástřiků

	Ni [HV 1]		Ti [HV 1]		Cu [HV 1]		Al [HV 1]	
	Z Boku	Shora	Z Boku	Shora	Z Boku	Shora	Z Boku	Shora
Průměr	257	183	236	208	187	194	50,4	49,8
Tabulková hodnota	65		99		38		17	

Při měřeních modulu pružnosti akustickou metodou nebyl s výjimkou niklu zaznamenán vliv místa odběru vzorku na modul pružnosti. Nikl naznačuje trend poklesu modulu pružnosti směrem od substrátu k volnému povrchu. Tento trend je však považován za nejistý, neboť niklové vzorky vykazují i při dalších zkouškách neočekávané chování, zřejmě v důsledku problémů při nanášení.

Tab. 39 Průměrné hodnoty modulu pružnosti nástřiků (akustická metoda / tahová zkouška)

	Al [GPa]	Cu [GPa]	Fe [GPa]	Ni [GPa]	Ti [GPa]
HVOF	---	---	125 / 144,1	155 / 78,8	---
Cold spray	63 / 63,2	119 / 145,4	---	125 / 114	92 / 98,9
Tabulková hodnota E	62	110	193	207	117

Naměřené hodnoty modulu pružnosti přibližně odpovídají tabulkovým v případě vzorků CS Al, CS Cu a CS Ti. Ostatní vzorky vykazují významné odchylky směrem k nižším hodnotám. Vliv obsahu oxidů na modul pružnosti nebyl prokázán.

Při tahových zkouškách vykazovaly všechny vzorky křehké chování. V případě vzorků připravených technologií cold spray se pravděpodobně jedná o důsledek vyčerpání plasticity v důsledku extrémní plastické deformace při procesu depozice. Křehkost vzorků připravených technologií HVOF je patrně způsobena podílem oxidů ve struktuře.

Vzorky připravené technologií cold spray naznačují závislost vývoje E a R_m na místě odběru vzorku. Pro ověření tohoto trendu bude provedeno více měření v navazující studii.

Odhadovaná mez pevnosti (kluzu) byly určena na základě empirického vztahu mezi hodnotami HV a R_m (R_e). Srovnáním s hodnotami získanými při tahové zkoušce byla platnost tohoto vztahu pro nástřiky vyvrácena. Všechny vzorky s výjimkou HVOF Fe a CS Ni vykazují srovnatelnou či vyšší mez pevnosti než běžné objemové materiály. U vzorků připravených technologií cold spray je to pravděpodobně způsobeno deformačním zpevněním materiálu.

Tab. 40 Meze kluzu a meze pevnosti vzorků připravených technologií HVOF

	Ni	Fe
Odhad R_m [MPa]	879	1775
Tahová zk. R_m [MPa]	208	158
Tabulková R_m [MPa]	140 – 195	350

Tab. 41 Meze kluzu a meze pevnosti vzorků připravených technologií cold spray

	Ni	Ti	Cu	Al
Odhad R_m [MPa]	738	744	638	168
Tahová zk. R_m [MPa]	119	281	252	91,8
Tabulková R_m [MPa]	140 - 195	240 - 370	210	40 - 50

Při ohybových zkouškách nebyla u cold spray vzorků prokázána závislost vlastností na místě odběru vzorku. Vzorky HVOF vykazovaly poměrně blízké hodnoty mechanických vlastností díky odběru ze stejné vrstvy.

Tab. 42 Napětí při porušení, zkouška 3-bodovým ohybem

	Al [MPa]	Cu [MPa]	Fe [MPa]	Ni [MPa]	Ti [MPa]
HVOF	---	---	303	312	---
Cold spray	171	360	---	215	415

Tab. 43 Maximální průhyb při zkoušce 3-bodovým ohybem

	Al [mm]	Cu [mm]	Fe [mm]	Ni [mm]	Ti [mm]
HVOF	---	---	0,085	0,095	---
Cold spray	0,102	0,104	---	0,077	0,154

Narozdíl od objemových materiálů houževnatých kovů docházelo při testování třibodovým ohybem k praskání experimentálních těles již při relativně malých průhybech, bez většího podílu plastického chování. Výsledky tohoto mechanického zkoušení tedy potvrdily křehké chování vzorků dříve pozorované prostřednictvím tahových zkoušek.

Fraktografická analýza použitých zkušebních těles přesahuje rozsah této diplomové práce. Bude jí proto věnována navazující studie

6. Závěr

Cílem této práce bylo analyzovat strukturu, fázové složení a určit vybrané mechanické charakteristiky materiálu nástřiků deponovaných technologií cold spray. Na základě získaných dat jsme dospěli k těmto závěrům:

- Metoda cold spray umožňuje nanášet kovy s vysokou afinitou ke kyslíku. Tyto kovy není možné nanášet technologiemi využívajícími intenzivní ohřev.
- Nástřiky vytvořené technologií cold spray vykazují vysokou relativní hustotu a porositu nižší než 1%, což odpovídá běžným parametrům CS nástřiků.
- U vzorků připravených technologií cold spray nebyl prokázán vliv vzdálenosti odběru vzorku od substrátu na porositu. Kompaktace dalšími dopadajícími částicemi zřejmě nehraje pro vývoj porosity při extrémní tloušťce nástřiku významnou roli.
- Nástřiky připravené technologií cold spray vykazují nízký obsah kyslíku v důsledku nízké teploty při procesu depozice.
- Deponované nástřiky vykazovaly vyšší hodnoty tvrdosti než objemové materiály. V případě cold spray nástřiků je rozdíl zřejmě způsoben deformačním zpevněním materiálu nástřiku. Vyšší tvrdost HVOF nástřiků je zřejmě způsobena oxidickými obálkami splatů.
- Nebyla prokázána závislost modulu pružnosti nástřiků na místě odběru vzorku ani vliv obsahu oxidů na modul pružnosti.
- Vzorky CS Al, CS Cu a CS Ti dosahují hodnoty modulu pružnosti přibližně odpovídající tabulkovým. Ostatní materiály vykazují významné odchylky směrem k nižším hodnotám. Jak bylo ukázáno, toto snížení není ovlivněno krystalovou strukturou materiálu.
- Všechny vzorky s výjimkou HVOF Fe a CS Ni vykazují při tahové zkoušce srovnatelnou či vyšší mez pevnosti než běžné objemové materiály. U vzorků připravených technologií cold spray je to pravděpodobně způsobeno deformačním zpevněním materiálu.
- Všechny vzorky vykazovaly při tahových i ohybových zkouškách křehké chování. V případě cold spray nástřiků patrně v důsledku vyčerpání plasticity procesem depozice. Křehkost vzorků připravených technologií HVOF je zřejmě způsobena výskytem oxidů po hranicích splatů.

7. Literatura

- [1] An Introduction to Thermal Spray [online], Poslední revize 17.7.2012 [citováno dne 1.7.2013], Dostupné z : <http://www.sulzer.com/en/-/media/Documents/ProductsAndServices/Coating_Equipment/Thermal_Spray/Brochures/Thermal_Spray_V4.pdf>
- [2] Davis, J.R., *Handbook of Thermal Spray Technology*, ASM International, 2004, ISBN 0-87170-795-0
- [3] Pawlowski, L., *The science and engeneering o thremal spray coatings*, Wiley, 2008, ISBN 978-0-471-49049-4
- [4] Wank, A., Basics of Thermal Spray Technology, GTV Verschleiss-Schutz GmbH, Luckenbach, Germany, poslední revize 9. 10. 2006 [citováno dne 1. 7. 2013], Dostupné z : <http://www.gtv-mbh.de/cms/upload/publikat/Wank/thermal_spray_basics_processes.pdf>
- [5] <http://www.kmm.zcu.cz/CD/content/index.html> 9. 10. 2006 [citováno dne 1. 7. 2013], Dostupné z : <<http://www.kmm.zcu.cz/CD/content/index.html>>
- [6] Wire Combustion Solutions [online], Poslední revize 17.7.2012 [citováno dne 1.7.2013], Dostupné z : <http://www.sulzer.com/en/-/media/Documents/ProductsAndServices/Coating_Equipment/Thermal_Spray/Brochures/Wire_Combustion_Solutions_V3.pdf>
- [7] Electric Arc Wire Spray Solutions [online], Poslední revize 17.7.2012 [citováno dne 1.7.2013], Dostupné z : <http://www.sulzer.com/en/-/media/Documents/ProductsAndServices/Coating_Equipment/Thermal_Spray/Brochures/Arc_Solutions_V3.pdf>
- [8] HEIMANN, Robert B. *Plasma-spray coating: principles and applications*. [Online-Ausg.]. Weinheim: VCH, 1996. ISBN 35-272-9430-9.
- [9] Fauchais, P., Understanding plasma spraying, 2004, *Journal of physics D: Aplied physics*, Vol. 37, p. 86-108
- [10] Atmospheric Plasma Spray Solutions [online], Poslední revize 17.7.2012 [citováno dne 1.7.2013], Dostupné z:<http://www.sulzer.com/en/-/media/Documents/ProductsAndServices/Coating_Equipment/Thermal_Spray/Brochures/Plasma_Solutions_EN3.pdf>
- [11] Sulzer Metco High Velocity Oxy-Fuel (HVOF) Solutions [online], Poslední revize 17.7.2012 [citováno dne 1.7.2013], Dostupné z : <http://www.sulzer.com/en/-/media/Documents/ProductsAndServices/Coating_Equipment/Thermal_Spray/Brochures/HVOF_Solutions_V4.pdf>

- [12] Papyrin, A., Kosarev, V., Klinkov S., et al., *Cold Spray Technology*, Elsevier Science, 2006. ISBN 978-008-0451-558.
- [13] Lima, R.S., Karthikeyan, J., Kay, C.M., et al. Microstructural characteristics of cold-sprayed nanostructured WC–Co coatings, 2002, *Thin Solid Films*, Vol. 416 p. 129–135
- [14] Kim, H-J., Lee, C-H., Hwang, S-Y., Fabrication of WC–Co coatings by cold spray deposition 2005, *Surface & Coatings Technology*, Vol. 191 p. 335– 340
- [15] Irissou, E., Legoux, J-G., Ryabinin, A., et al., Review on Cold Spray Process and Technology: Part I—Intellectual Property, 2008, *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol. 17(4), p. 495-516
- [16] Schmidt, T., Assadi, H., Gartner, F., et. al., From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying, *Journal of Thermal Spray Technology*, 2009, Volume 18(5-6), p. 794-808
- [17] Assadi, H., Gartner, F., Stoltenhoff, T., et al., Bonding mechanism in cold gas spraying, 2003, *Acta Materialia* 51, p. 4379–4394
- [18] Assadi, H., Schmidt, T., Richter, H., et al., On Parameter Selection in Cold Spraying, *Journal of Thermal Spray Technology*, 2011, Vol. 20, Iss. 6, p 1161-1176
- [19] BUNSHAH, Rointan, F. *Handbook of Hard Coating*. New York: Wialam Andrew Publishing, 2001, 550 s. ISBN 08-155-1438-7.
- [20] Grewal, J.S., Chawla, V., Singh, L., A Review on Detonation Gun Sprayed Coatings, 2012 *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, Vol. 11, No.3, p.243-265
- [21] Cizek, J.: *Thermally Sprayed Bio-ceramic Coatings: a Study on Process Parameters Influence on Coating Properties*, PhD thesis, Nanyang Technological University, Singapore, 2010.
- [22] Pavelek, M., Patočka, Z., *Termomechanika*. 1. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2011, 192 s. Učební texty vysokých škol (Vysoké učení technické v Brně). ISBN 978-80-214-4300-6.
- [23] Chang-Jiu, L., Guan-Jun, Y., Relationships between feedstock structure, particle parameter, coating deposition, microstructure and properties for thermally sprayed conventional and nanostructured WC-Co, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2013, Vol. 39, p. 2–17
- [24] Fauchais, P., Montavon, G., Bertrand, G., From Powders to Thermally Sprayed Coatings, 2010, *Journal of Thermal Spray Technology*, Vol. 19(1-2), p. 56-80
- [25] Sulzer Metco Thermal Spray Materials Guide [online], Poslední revize 24.7.2012 [citováno dne 1.7.2013], Dostupné z : <<http://www.sulzer.com/as/->

/media/Documents/ProductsAndServices/Coating_Materials/Thermal_Spray/Brochures/TS_MaterialGuide_EN_052012.pdf>

- [26] GTV spray powder catalogue [online], Poslední revize 20.8.2012 [citováno dne 1.7.2013], Dostupné z: http://www.gtv-mbh.de/cms/upload/downloads/GTV_Spray_Powder_Catalogue_08-2012.pdf>
- [27] ASTM B213-83, 2013, "Standard Test Methods for Flow Rate of Metal Powders Using the Hall Flowmeter Funnel," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013, 10.1520/B0213
- [28] ASTM Standard ASTM B329 - 06 , 2012, Standard Test Method for Apparent Density of Metal Powders and Compounds Using the Scott Volumeter, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012, DOI: 10.1520/B329 – 06
- [29] ASTM B215 - 10, 2010, Standard Practices for Sampling Metal Powders, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010, 10.1520/ B215 - 10
- [30] ASTM B214 - 07(2011), 2011, Standard Test Method for Sieve Analysis of Metal Powders, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2011, 10.1520/ B214 - 07(2011)
- [31] ASTM 633-01, 2008, "Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008, 10.1520/C0633-01R08
- [32] Schmidt, T. ,Gaertner, F. ,Kreye, H., New developments in cold spray based on higher gas and particle temperatures, *Journal of Thermal Spray Technology*, 2006, Vol. 15, Iss. 4, p. 488-494
- [33] ČSN EN ISO 6508-1 – Kovové materiály. Zkouška tvrdosti podle Rockwella - Část 1: Zkušební metoda (stupnice A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T). Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2006.
- [34] ČSN EN ISO 6507-1. Kovové materiály. Zkouška tvrdosti podle Vickerse: Část 1: Zkušební metoda. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2006.
- [35] ČSN ISO 4545 - Kovové materiály. Zkouška podle Knoopu. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2006.
- [36] ASTM Standard ASTM G99 - 05, 2010, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010, DOI: 10.1520/G99 - 05
- [37] ASTM Standard ASTM G65 - 04, 2010, Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand/Rubber Wheel Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2010, DOI: 10.1520/G65 - 04.

- [38] ČSN EN ISO 7348:2005 Kovové materiály – zkouška ohybem, Praha ,Český normalizační institut, 2005
- [39] ASTM Standard ASTM E8 / E8M - 11 , 2013, Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013, DOI: 10.1520/E8 / E8M - 11
- [40] ASTM E 1876-09 Standard Test Metod for Dynamic Young´s Modulus, Shear Modulus and Poisson´s Ratio by Impulse Excitation of Vibration. ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009
- [41] ASTM Standard ASTM E2248 - 13 , 2012, Standard Test Method for Impact Testing of Miniaturized Charpy V-Notch Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012, DOI: 10.1520/E2248 - 13
- [42] BAUCCIO, M., ASM metals reference book. 3rd ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 1993, viii, 614 p. ISBN 08-717-0478-1.
- [43] SMITHELLS, Colin J., Gale W., Totenmeier T., *Smithells metals reference book*. 8th ed. / edited by W.F. Gale, T.C. Totemeier. Boston: Elsevier Butterworth-Heinemann, c2004, 1 v. (various pagings). ISBN 07-506-7509-8.
- [44] Databáze <http://www.efunda.com/home.cfm>, Poslední revize 5.9.201 [citováno dne 5.10.2013], Dostupné z : <<http://www.efunda.com/home.cfm>>
- [45] Howatson A.M., Lund P.G., Todd J.D., *Engineering Tables and Data*, p. 41
- [46] ČSN EN ISO 4287 - Geometrické požadavky na výrobky (GPS) - Struktura povrchu: Profilová metoda - Termíny, definice a parametry struktury povrchu, Praha, Český normalizační institut, 1999
- [47] ČSN EN ISO 4287 - Geometrické požadavky na výrobky (GPS) - Struktura povrchu: Profilová metoda - Pravidla a postupy pro posuzování struktury povrchu , Praha, Český normalizační institut, 1999
- [48] ČSN EN ISO 18 265 – Kovové materiály - Převod hodnot tvrdosti. Praha, Český normalizační institut, 2004
- [49] S Chenna Krishna , Narendra Kumar Gangwar ., Abhay K. Jha, et al., On the Prediction of Strength from Hardness for Copper Alloys, *Journal of Materials*, Vol. 2013 (2013), ID 352578, p.6

8. Seznam použitých zkratk a symbolů

CS – cold spray

HVOF – High velocity oxy fuel (vysokorychlostní nanášení plamenem)

CFD – computer fluid dynamics

EDX – energeticky dispersní analýza

SEM – řádkovací elektronový mikroskop

OM – optický mikroskop

TCT – tubular coating test

m – hmotnostní průtok

S – průřez trubice

w – rychlost proudění v trubici

v – hustota kapaliny

p – tlak

κ – adiabatická konstanta

R_e – mez kluzu

R_m – mez pevnosti

a_0 – tloušťka vzorku

b_0 – šířka vzorku

S_0 – průřez vzorku

F_{\max} – síla při porušení (zkouška ohybem)

A_g – poměrná deformace elasticky

A_t – poměrná deformace plasticky

p_0 – tlak v nádobě

p_k – tlak v hrdle trysky

v_0 – hustota kapaliny v nádobě

v_k – hustota kapaliny v hrdle trysky

$\rho_{\text{stř}}$ – střední hustota kapaliny

w_k – kritická rychlost proudění v hrdle dýzy

v_{crit} – kritická rychlost (rychlost při které je možné uchycení částic)

v_{er} – rychlost kdy dochází k erozi povrchu

v_{cr1} – kritická rychlost pro vznik vrstvy s prodlevou

v_{cr1} – kritická rychlost pro okamžitý vznik vrstvy